# 明細書

吸収性樹脂粒子、これを用いてなる吸収体及び吸収性物品

## 技術分野

本発明は吸収性樹脂粒子、これを用いてなる吸収体及び吸収性物品に 5 関する。

#### 背景技術

10

重合開始剤量、重合温度及び重合濃度等を変え最適化する方法や、チオール等の連鎖移動剤を使用する方法により吸収量を高めた架橋重合体が知られている(下記特許文献1参照)。また、重合体粒子の表面近傍を処理する方法等により、荷重下での吸収量等を高めた架橋重合体が数多く提案されている(下記特許文献2及び3等参照)。また、重合体粒子を多孔質にすることで吸収速度を高めた架橋重合体が提案されている(下記特許文献4等参照)。

15 (特許文献1): 特開平3-179008号公報

(特許文献2): 特許第267529号公報

(特許文献3): ヨーロッパ公開特許第618005A号公報

(特許文献 4): 特開 2 0 0 2 - 2 1 2 3 3 1 号公報

20 従来の架橋重合体を用いた吸収性物品(紙おむつ等)は、使用者が装着した状態で座ったり横になったような場合に被吸収液体の吸収量及び吸収速度の低下を招き、その結果モレ等の問題を生じやすかった。そして、このようなモレ等の問題がない吸収性物品、これに使用し得る吸収性樹脂粒子が強く望まれている。

すなわち、本発明の目的は、どのような状態においても高い吸収性能 (吸収量及び吸収速度)を発揮し、モレが生じにくい吸収性物品に用い ることができる吸収性樹脂粒子を提供することである。

本発明者らは、上記目的を達成すべく鋭意検討した結果、特定構造を 5 有する吸収性樹脂粒子が上記課題を解決できることを見出し本発明に到 達した。

## 発明の概要

25

すなわち、本発明の吸収性樹脂粒子は、水溶性ビニルモノマー(a 10 1)及び/又は加水分解により(a 1)となるビニルモノマー(a 2)並びに内部架橋剤(b)を必須構成単位とする架橋重合体(A)と疎水性物質(C)とを含有してなる吸収性樹脂粒子であって、吸収性樹脂粒子の内部に(C)の一部又は全部を含んでなる構造を有する吸収性樹脂粒子である。

15 また、本発明の吸収体は、前記吸収性樹脂粒子と繊維状物とを含有してなる吸収体である。

更に、本発明の吸収性物品は、前記吸収体を備えてなる吸収性物品である。

20 本発明の吸収性樹脂粒子は、保水性能(保水量)と含水ゲル粒子(吸収性樹脂粒子が吸液して形成されるゲル状物)の通液速度及び吸収時間のパランスが格段に優れ、吸液後もさらっとした感触を示す。

したがって、紙おむつ及び生理用ナプキン等の吸収性物品に本発明の吸収性樹脂粒子を適用した場合、どのような状態においても優れた吸収性能(吸収量及び吸収速度)を発揮し、モレが生じにくい吸収性物品が得られる。さらに、この吸収性物品は、どのような状態においても被吸収

液体が逆戻りしにくい特徴を示す。

## 図面の簡単な説明

図1は、拡散下吸収量を測定するための測定装置を模式的に示した正 面断面図である。

図2は、拡散下吸収量を測定するための測定装置を模式的に示した斜 視透過図である。

#### 発明の詳細な説明

10 まず、架橋重合体(A)について説明する。

水溶性ビニルモノマー(a1)としては特に限定はないが、少なくとも1個の水溶性置換基とエチレン性不飽和基とを有するビニルモノマー 等が使用できる。

水溶性置換基としては、カルボキシル(塩)基(-CO<sub>2</sub>M)、スルホ(塩)基(-SO<sub>3</sub>M)、スルホン酸エステル(塩)からなる基(スルホオキシ(塩)基、-OSO<sub>3</sub>M)、ホスホノ(塩)基(-PO(OM)<sub>2</sub>)、水酸基(-OH)、アミノ基(-NR<sub>2</sub>)、アミドからなる・基(カルバモイル基、-CONR<sub>2</sub>)、アンモニオ基(-NH<sub>3</sub>・Y)及び第2級、第3級又は第4級アンモニオ基(-NR<sub>3</sub>・Y)等が挙げられる。ここで、カルボキシル(塩)基とは、カルボキシル基又はカルボン酸塩からなる基(メタルカルボキシレート基又はアンモニウムカルボキシレート基)を示す意味で用いている。他の基についても同様の趣旨である。

なお、Mは、水素原子、アルカリ金属(リチウム、ナトリウム及びカ 25 リウム等)原子、アルカリ土類金属(マグネシウム及びカルシウム等) 原子又はアンモニウム(NH<sub>4</sub>)を表し、Rは水素原子又はヘテロ原子

を含んでもよい炭素数 1~7の炭化水素基(メチル、エチル、プロピル、プチル、ベンジル、ヒドロキシエチル、トリフルオロメチル及びクロロエチル等)、Yはアンモニウムカチオンの対アニオン(塩素イオン、臭素イオン、メトサルフェートイオン及び硫酸イオン等)を表す。

5 水溶性ピニルモノマー(a1)としては、以下の(i)アニオン性ピニルモノマー、(ii)非イオン性ピニルモノマー及び(iii)カチオン性ピニルモノマー等が使用できる。

なお、(i) アニオン性ビニルモノマーは塩であってもよく、塩であるアニオン性ビニルモノマーとしては、アルカリ金属塩(ナトリウム塩

10 及びカリウム塩等)、アルカリ土類金属塩(カルシウム塩及びマグネシウム塩等)、アンモニウム塩[アンモニウム塩、テトラアルキル(アルキルの炭素数1~8)アンモニウム塩(テトラメチルアンモニウム等)等]、有機アミン塩等が挙げられる。尚、前記有機アミン塩を構成する有機アミンとしては、炭素数1~8のアルキルアミン、炭素数2~8のアルカノールアミン、ポリアルキレン(アルキレンの炭素数1~8)ポリアミン(アミノ基数2~10)若しくはポリアルキレンポリアミンの誘導体[炭素数1~8のアルキル基でアルキル化された化合物、あるいは炭素数2~12のアルキレンオキサイドが付加された化合物(アミノ基1個あたりの平均付加モル数1~30モル)等が挙げられる。

20 (i) アニオン性ピニルモノマー

25

(i-1)カルボキシル(塩)基(- $CO_2M$ )を有するビニルモノマーとしては、炭素数  $3\sim30$ のビニル基含有カルボン酸(塩)等が用いられ、不飽和モノカルボン酸((メタ)アクリル酸、(メタ)アクリル酸塩、クロトン酸及び桂皮酸等);不飽和ジカルボン酸(マレイン酸、マレイン酸塩、フマル酸、シトラコン酸及びイタコン酸等);及び前記不飽和ジカルボン酸のモノアルキル(炭素数  $1\sim8$ )エステル(マレイ

ン酸モノブチルエステル、フマル酸モノブチルエステル、マレイン酸の エチルカルビトールモノエステル、フマル酸のエチルカルビトールモノ エステル、シトラコン酸モノブチルエステル及びイタコン酸グリコール モノエステル等)等が挙げられる。

- 5 (i-2) スルホ(塩)基(-SO<sub>3</sub>M)を有するビニルモノマー としては、炭素数2~30のビニル基含有スルホン酸(塩)等が用いら れ、脂肪族又は芳香族ビニルスルホン酸(ビニルスルホン酸、(メタ) アリルスルホン酸、スチレンスルホン酸及びα-メチルスチレンスルホ ン酸等); (メタ) アクリロイル含有アルキルスルホン酸 ((メタ) ア クリロキシプロピルスルホン酸、2-ヒドロキシ-3-(メタ)アクリ 10 ロキシプロピルスルホン酸、2-(メタ)アクリロイルアミノ-2,2 -ジメチルエタンスルホン酸、3-(メタ)アクリロキシエタンスルホ ン酸、2-(メタ)アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸及 び3-(メタ)アクリルアミド-2-ヒドロキシプロパンスルホン酸 等);及びアルキル(炭素数3~18) (メタ) アリルスルホコハク酸 15 エステル等が挙げられる。本発明において、例えば、 (メタ) アクリ ル・・とか、(メタ)アリル・・等の表現は、(メタ)アクリル・・の 場合、アクリル・・又はメタクリル・・を表し、(メタ) アリル・・の 場合、アリル・・又はメタリル・・を表す。
- 20 (i-3)スルホン酸エステル(塩)からなる基(スルホオキシ基、
  -OSO<sub>3</sub>M)を有するピニルモノマーとしては、ヒドロキシアルキル
  (炭素数2~6)(メタ)アクリレートの硫酸エステル化物[ヒドロキ
  シエチル(メタ)アクリレートの硫酸エステル化物等];ポリ(重合度
  2~30)オキシアルキレン(アルキレン基の炭素数は2~4であり、
- 25 重合形態は単独又はランダム及び/若しくはプロック) モノ (メタ) ア クリレートの硫酸エステル化物 [ポリ (重合度 5 ~ 1 5) オキシプロピ

レンモノメタクリレート硫酸エステル化物等];及び一般式(5)、(6)又は(7)で示される化合物等が挙げられる。

$$CH_2 = CHCH_2OCH_2CH - CH_2O - Ar - R$$

$$(5)$$

$$(OA)_{n}OSO_{3}M$$

$$CH_3CH=CH-Ar-R$$

$$| \qquad (6)$$

$$(OA)_nOSO_3M$$

15 
$$CH_2 = CHCH_2OCH_2CHCH_2OCCH - CH_2COOR'$$

| | (7)

OH OSO<sub>3</sub>M

O

一般式(5)~(7)中、Rは水素原子又は炭素数1~15のアルキ20 ル基を表す。R'は水素原子、フッ素原子で置換されていてもよい炭素数1~15のアルキル基、アルカリ金属(リチウム、ナトリウム及びカリウム等)原子、アルカリ土類金属(マグネシウム及びカルシウム等)原子又はアンモニウムを表す。OAは炭素数2~4のオキシアルキレン基を示し、nが2以上の場合、2以上のOAは同一でも異なっていてもよく、異なる場合はランダムでもプロックでもまたその混合でもよい。Arはベンゼン環を表し、Mは、水素原子、アルカリ金属原子、アルカ

リ土類金属原子又はアンモニウムを表す。nは $1\sim50$ の整数を表す。 アルキル基としては、メチル、エチル、プロピル、t-ブチル、2-

フッ素原子で置換されていてもよいアルキル基としては、メチル、エ 5 チル、tープチル、2-エチルヘキシル、ペンタデカニル、トリフルオ ロメチル及びペンタフルオロエチル等が挙げられる。

エチルヘキシル、ドデカニル及びペンタデカニル等が挙げられる。

オキシアルキレン基としては、オキシエチレン、オキシプロピレン及 びオキシブチレン等が挙げられる。

(i-4) ホスホノ(塩) 基(-PO(OM)₂) を有するピニルモ

10 ノマーとしては、(メタ) アクリル酸ヒドロキシアルキル(炭素数2~6) のリン酸モノエステル[(メタ) アクリル酸ヒドロキシエチルのモノホスフェート等]、(メタ) アクリル酸ヒドロキシアルキル(炭素数2~6) のリン酸ジエステル[フェニル-2-アクリロイロキシエチルホスフェート等]及び(メタ) アクリル酸アルキル(炭素数2~6) ホスフェート等]及び(メタ) アクリル酸アルキル(炭素数2~6) ホスホン酸[2-アクリロイルオキシエチルホスホン酸等]等が挙げられる。

#### (ii) 非イオン性ビニルモノマー

(ii-1)水酸基(-OH)を有するピニルモノマーとしては、炭素数3~15のモノエチレン性不飽和アルコール [(メタ)アリルアルコール及び(メタ)プロペニルアルコール等];及び2~6価のポリオール {炭素数2~20のアルキレングリコール、グリセリン、ソルピタン、ジグリセリン、ペンタエリスリトール、ポリアルキレン(炭素数2~4)グリコール(重量平均分子量100~2000)等}のモノエチレン性不飽和カルボン酸エステル又はモノエチレン性不飽和エーテル等が挙げられる。

これらの具体例としては、ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、

ヒドロキシプロピル (メタ) アクリレート、トリエチレングリコール (メタ) アクリレート、ポリーオキシエチレンーオキシプロピレン (ランダム及び/又はブロック、重量平均分子量100~2000) モノ (メタ) アリルエーテル (末端の水酸基は炭素数1~4のアルキル基 (メチル、エチル及びプチル等) 又は炭素数2~3の飽和脂肪酸 (酢酸及びプロピオン酸等) でエーテル化又はエステル化されていてもよい) 等が挙げられる。

5

(ii-2) アミドからなる基(カルバモイル基、 $-CONR_2$ )を有するピニルモノマーとしては、(メタ)アクリルアミド、N-アルキ 10 ル(炭素数  $1 \sim 8$ )(メタ)アクリルアミド [N-メチルアクリルアミド等]、N,N-ジアルキル(アルキルの炭素数  $1 \sim 8$ )アクリルアミド [N,N-ジメチルアクリルアミド、N,N-ジーn-又はi-プロピルアクリルアミド等]、N-ヒドロキシアルキル(炭素数  $1 \sim 8$ )(メタ)アクリルアミド [N-メチロール(メタ)アクリルアミド、N-メチロール(メタ)アクリルアミド、N-ジヒドロキシアルキル(炭素数  $1 \sim 8$ )(メタ)アクリルアミド [N- メタ)アクリルアミド [N- アクリルアミド [N- アクリルア [N- アクリル [N- アクリルア [N- アクリル [N- アクリル

アミドからなる基を有するビニルモノマーとしては、これらの他に、 炭素数  $5 \sim 10$  のビニルラクタム (N-ビニルピロリドン等) 等も使用 20 できる。

(ii-3)アミノ基( $-NR_2$ )を有するピニルモノマーとしては、モノエチレン性不飽和モノー又はジーカルポン酸のアミノ基含有エステル及びモノエチレン性不飽和モノー又はジーカルポン酸のアミノ基含有アミド等が使用できる。

25 モノエチレン性不飽和モノー又はジーカルポン酸のアミノ基含有エス テルとしては、ジアルキル (アルキルの炭素数 1 ~ 8) アミノアルキル

(炭素数2~10) (メタ) アクリレート、ジ(ヒドロキシアルキル) (アルキルの炭素数1~8) アミノアルキル(炭素数2~10) エステル及びモルホリノアルキル(炭素数1~8) エステル等が使用でき、ジメチルアミノエチル(メタ) アクリレート、ジエチルアミノ(メタ) アクリレート、モルホリノエチル(メタ) アクリレート、ジメチルアミノエチルフマレート及びジメチルアミノエチルマレート等が挙げられる。

5

10

25

モノエチレン性不飽和モノー又はジーカルボン酸のアミノ基含有アミドとしては、モノアルキル (炭素数 2~10) (メタ) アクリルアミド等が用いられ、ジメチルアミノエチル (メタ) アクリルアミド及びジエチルアミノエチル (メタ) アクリルアミド等が挙げられる。

アミノ基を有するビニルモノマーとしては、これらの他にビニルピリジン (4-ビニルピリジン及び2-ビニルピリジン等) も使用できる。 (i i i) カチオン性ビニルモノマー

(i i i - 1) アンモニオ基(-NH<sub>3</sub>・Y) を有するビニルモノマーとしては、モノエチレン性不飽和モノー又はジーカルボン酸のアンモニオ基含有エステル[アンモニオアルキル(炭素数2~10)(メタ)アクリレート(アンモニオエチル(メタ)アクリレート・クロライド等)等]及びモノエチレン性不飽和モノー又はジーカルボン酸のアンモニオ基含有アミド[アンモニオアルキル(炭素数2~10)(メタ)アクリルアミド(アンモニオエチル(メタ)アクリルアミド・メトサルフェート等)等]等が挙げられる。

(i i i - 2) モノー又はジーアルキルアンモニオ基 ( $-NRH_2$ ・Y又は $-NR_2H$ ・Y) を有するピニルモノマーとしては、モノエチレン性不飽和モノー又はジーカルボン酸のアルキルアンモニオ基含有エステル [モノアルキル (炭素数  $1\sim 4$ ) アンモニオアルキル (炭素数  $2\sim 10$ ) (メタ) アクリレート {メチルアンモニオエチル (メタ) アクリ

レート・クロライド及び t ープチルアンモニオエチル (メタ) アクリレ ート・メトサルフェート等}及びジアルキル(アルキルの炭素数1~ 4) アンモニオアルキル(炭素数2~10) (メタ) アクリレート {ジ メチルアンモニオエチル(メタ)アクリレート・クロライド及びメチル t - プチルアンモニオエチル (メタ) アクリレート・プロマイド等} 5 等]及びモノエチレン性不飽和モノー又はジーカルボン酸のアルキルア ンモニオ基含有アミド [モノアルキル (炭素数1~4) アンモニオアル キル(炭素数2~10) (メタ) アクリルアミド {メチルアンモニオエ チル(メタ)アクリルアミド・クロライド及びプチルアンモニオエチル 10 (メタ)アクリルアミド・クロライド等}及びジアルキル(アルキルの 炭素数1~4)アンモニオアルキル(炭素数2~10) (メタ)アクリ ルアミド(ジメチルアンモニオエチル(メタ)アクリルアミド・クロラ イド及びメチルプロピルアンモニオエチル(メタ)アクリルアミド・メ トサルフェート等}等]等が挙げられる。

 (iii-3)トリアルキルアンモニオ基(-NR<sub>3</sub>・Y)を有する ビニルモノマーとしては、前記アミノ基を有するビニルモノマーを炭素 数1~8のアルキル化剤(メチルクロライド、ジメチル硫酸、ベンジル クロライド及びジメチルカーボネート等の4級化剤)を用いて4級化し たもの {トリメチルアンモニオエチル(メタ)アクリレート・クロライ
 ド、メチルジエチルアンモニオエチル(メタ)アクリレート・メトサル フェート、トリメチルアンモニオエチルマレート・クロライド、トリメ チルアンモニオエチル(メタ)アクリルアミド・クロライド、ジエチル ベンジルアンモニオエチル(メタ)アクリルアミド・クロライド 等が 挙げられる。これらの他にNービニルピリジニウム塩(Nービニルピリ ジニウム・クロライド及びNーメチルー2ービニルピリジニウム・クロ ライド等)も使用できる。

水溶性ピニルモノマーのHLB値は、10~20が好ましく、さらに 好ましくは11.5~20、特に好ましくは、13~20である。

なお、本発明において、HLB値は、デイビス(Daiis)のHLB(藤本武彦著「新・界面活性剤入門」三洋化成工業株式会社1992年8月第3刷発行、132頁;対応英語版 Dr.Takehiko Fujimoto,「New Introduction to Surface Active Agents」 Copyright 1985, SANYO CHEMICAL INDUSTRIES, LTD 第132頁)によって算出される値である。

加水分解により水溶性ビニルモノマー(a1)となるビニルモノマー
10 (a2)しては特に限定はないが、加水分解により水溶性置換基となる
加水分解性置換基を少なくとも1個有するビニルモノマー等が使用できる。

加水分解性置換基としては、酸無水物を含む基(1,3-オキソ-1-オキサプロピレン基、-COO-CO-)、エステル結合を含む基(アルキルオキシカルボニル、ビニルオキシカルボニル、アリルオキシカルボニル又はプロペニルオキシカルボニル、-COOR)及びシアノ基等が挙げられる。

なお、Rは炭素数 1~3のアルキル基(メチル、エチル及びプロピル)、ビニル、アリル及びプロペニルである。

20 酸無水物を含む基を有するビニルモノマーとしては、炭素数 4 ~ 2 0 のジカルボン酸無水物等が用いられ、無水マレイン酸、無水イタコン酸、 無水シトラコン酸等が挙げられる。

エステルを含む基を有するピニルモノマーとしては、モノエチレン性 不飽和カルボン酸の低級アルキル(炭素数 1~3) エステル [(メタ) アクリル酸メチル及び(メタ) アクリル酸エチル等]、モノエチレン性 不飽和アルコールのエステル [酢酸ピニル、酢酸(メタ) アリル等]等

25

が挙げられる。

シアノ基を有するピニルモノマーとしては、炭素数3~6のビニル基 含有のニトリル化合物等[(メタ)アクリロニトリル及び5-ヘキセン ニトリル等]等が挙げられる。

5 加水分解性置換基の加水分解は、重合中、重合後及びこれらの両方の いずれでもよいが、得られる架橋重合体の分子量の観点等から重合後が 好ましい。

ビニルモノマー(a1)又は(a2)のいずれかを構成単位とする場合、それぞれ単独で構成単位としてもよく、また、必要により2種以上を構成単位としてもよい。また、(a1)及び(a2)を構成単位とする場合も同様である。

これらのうち、水溶性ピニルモノマー(a1)が好ましく、さらに好ましくはアニオン性ピニルモノマー、特に好ましくはカルボキシル(塩)基、スルホ(塩)基、アミノ基、アミドからなる基、アンモニオ基又はモノー、ジー若しくはトリーアルキルアンモニオ基を有するピニルモノマーであり、次に好ましくはカルボキシル(塩)基又はアミドからなる基を有するピニルモノマー、さらに特に好ましくは(メタ)アクリル酸(塩)及び(メタ)アクリルアミド、より特に好ましくは(メタ)アクリル酸(塩)及び(メタ)アクリルアミド、より特に好ましくは(メタ)アクリル酸(塩)及び(メタ)アクリル酸(塩)である。

20 水溶性ビニルモノマー(a1)及びビニルモノマー(a2)を構成単位とする場合、これらの含有重量比(a1/a2)は、75/25~99/1が好ましく、さらに好ましくは85/15~95/5、特に好ましくは90/10~93/7、最も好ましくは91/9~92/8である。この範囲であると、吸収性能(特に吸収量及び吸収速度等)がさらに良好となる。

架橋重合体(A)の構成単位として用いられているピニルモノマーと

しては、ビニルモノマー(a1)及び/又は(a2)の他に、これらと 共重合可能なその他のビニルモノマー(a3)を構成単位とすることが できる。

共重合可能なその他のビニルモノマー(a3)としては、疎水性ビニ 5 ルモノマー等が使用できるが、これらに限定されるわけではない。

その他のピニルモノマー(a3)としては下記の(i) $\sim$ (i i i)のビニルモノマー等が用いられる。

(i) 炭素数8~30の芳香族エチレン性モノマー;

スチレン、α-メチルスチレン、ビニルトルエン及びヒドロキシスチ 10 レン等のスチレン、並びにビニルナフタレン及びジクロルスチレン等の スチレンのハロゲン置換体等。

(i i) 炭素数 2~20 の脂肪族エチレンモノマー;

アルケン [エチレン、プロピレン、ブテン、イソブチレン、ペンテン、 ヘプテン、ジイソブチレン、オクテン、ドデセン及びオクタデセン 等];並びにアルカジエン [ブタジエン及びイソプレン等]等。

(i i i) 炭素数5~15の脂環式エチレンモノマー:

15

モノエチレン性不飽和モノマー [ピネン、リモネン及びインデン ・等];並びにポリエチレン性ビニル重合性モノマー [シクロペンタジエン及びエチリデンノルボルネン等]等。

共重合可能なその他のビニルモノマー(a・3)を構成単位とする場合、(a 3)の含有量(重量%)は、ビニルモノマー(a 1)及び(a 2)の合計重量に基づいて、0.01~5が好ましく、さらに好ましくは0.05~3、特に好ましくは0.08~2、最も好ましくは0.1~1.5である。この範囲であると、吸収性能(特に吸収量及び吸収速度等)がさらに良好となる。

内部架橋剤(b)としては、エチレン性不飽和基を2個以上有する内

部架橋剤(b1)、水溶性ビニルモノマー(a1)の水溶性置換基及び /又はビニルモノマー(a2)の加水分解によって生成する水溶性置換 基と反応し得る官能基を少なくとも1個有し且つ少なくとも1個のエチ レン性不飽和基とを有する内部架橋剤(b2)、並びに水溶性ビニルモ ノマー(a1)の水溶性置換基及び/又はビニルモノマー(a2)の加 水分解によって生成する水溶性置換基と反応し得る官能基を少なくとも 2個以上有する内部架橋剤(b3)等が使用できる。

5

25

(i) エチレン性不飽和基を2個以上有する内部架橋剤(b1)とし ては、炭素数 $8 \sim 12$ のビス (メタ)アクリルアミド、炭素数 $2 \sim 10$ のポリオールのポリ(メタ)アクリレート、炭素数2~10のポリアリ 10 ルアミン及び炭素数2~10のポリオールのポリ(メタ)アリルエーテ ル等が用いられ、N. N'ーメチレンピス(メタ)アクリルアミド、エ チレングリコールジ(メタ)アクリレート、ポリ(重合度2~5) エチ レングリコールジ(メタ)アクリレート、プロピレングリコールジ(メ タ) アクリレート、グリセリン(ジ又はトリ) アクリレート、トリメチ 15 ロールプロパントリアクリレート、ジアリルアミン、トリアリルアミン、 トリアリルシアヌレート、トリアリルイソシアヌレート、テトラアリロ / キシエタン、ペンタエリスリトールジアリルエーテル、ペンタエリスリ トールトリアリルエーテル、ペンタエリスリトールテトラアリルエーテ ル及びジグリセリンジ(メタ)アクリレート等が挙げられる。 20

(ii) 水溶性ピニルモノマー(a1)の水溶性置換基及び/又はピニルモノマー(a2)の加水分解によって生成する水溶性置換基と反応し得る官能基を少なくとも1個有し且つ少なくとも1個のエチレン性不飽和基とを有する内部架橋剤(b2)としては、炭素数6~8のエポキシ基を有するエチレン性不飽和化合物、炭素数4~8の水酸基を有するエチレン性不飽和化合物及び炭素数4~8のイソシアナト基を有するエ

チレン性不飽和化合物等が用いられ、これらの具体例としては、グリシジル(メタ)アクリレート、N-メチロール(メタ)アクリルアミド、ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート及びイソシアナトエチル(メタ)アクリレート等が挙げられる。

- 5 (i i i) 水溶性ビニルモノマー(a 1) の水溶性置換基及び/又はビニルモノマー(a 2) の加水分解によって生成する水溶性置換基と反応し得る官能基を少なくともを2個以上有する内部架橋剤(b 3) としては、特開昭58-180233号公報(対応USP4666983号公報)及び特開昭59-189103号公報に記載の多価アルコール、
- 10 多価グリシジル、多価アミン、多価アジリジン及び多価イソシアネート 等が使用できる。多価グリシジル化合物としては、エチレングリコール ジグリシジルエーテル及びグリセリンジグリシジルエーテル等が挙げら れる。多価アミン化合物としては、エチレンジアミン、ジエチレントリ アミン、トリエチレンテトラミン、テトラエチレンペンタミン、ペンタ
- 15 エチレンヘキサミン及びポリエチレンイミン等が挙げられる。多価アジリジン化合物としては、商品名: "ケミタイトPZ-33" {2,2-ビスヒドロキシメチルブタノールートリス(3-(1-アジリジニル)プロピネート)}、商品名: "ケミタイトHZ-22" {1,6-ヘキサメチレンジエチレンウレア}及び商品名: "ケミタイトDZ-22"
- 20 {ジフェニルメタンーピスー4、4'-N、N'-ジエチレンウレア} (これらは日本触媒化学工業社製の商品名である)等が挙げられる。多 価イソシアネート化合物としては、2,4-トリレンジイソシアネート 及びヘキサメチレンジイソシアネート等が挙げられる。

これらの内部架橋剤は単独で使用してもよく、または2種以上を併用 25 してもよい。

内部架橋剤(b)のうち、吸収性能(特に吸収量及び吸収速度等)等

の観点から、エチレン性不飽和基を2個以上有する内部架橋剤(b1)が好ましく、さらに好ましくは炭素数2~10のポリオールのポリ(メタ)アリルエーテル、特に好ましくはトリアリルシアヌレート、トリアリルイソシアヌレート、テトラアリロキシエタン及びペンタエリスリトールトリアリルエーテル、最も好ましくはペンタエリスリトールトリアリルエーテルである。

5

15

内部架橋剤(b)の含有量(重量%)は、ピニルモノマー(a1)及び/又は(a2)並びに必要により使用するその他のピニルモノマー(a3)の合計重量に基づいて、0.001~5が好ましく、さらに好むしくは0.002~2、特に好ましくは0.003~1.6である。この範囲であると、吸収性能(特に吸収量及び吸収速度等)がさらに良好となる。

架橋重合体(A)には、さらに後述する添加剤 {防腐剤、防かび剤、 抗菌剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、着色剤、芳香剤、消臭剤及び有機 質繊維状物等}を必要に応じて含有させることができる。

これらの添加剤を含有させる場合、添加剤の含有量(重量%)は、架橋重合体(A)の重量に基づいて、 $0.001\sim10$ が好ましく、さらに好ましくは $0.01\sim5$ 、特に好ましくは $0.05\sim1$ 、最も好ましくは $0.1\sim0$ .5である。

- 20 架橋重合体(A)の重合形態としては、従来から知られている方法等が使用でき、溶液重合法、乳化重合法、懸濁重合法、逆相懸濁重合法が適応できる。また、重合時の重合液の形状として、薄膜状及び噴霧状等であってもよい。重合制御の方法としては、断熱重合法、温度制御重合法及び等温重合法等が適用できる。
- 25 重合方法として懸濁重合法又は逆相懸濁重合法を適用する場合、必要 に応じて、従来公知の分散剤(ショ糖エステル、リン酸エステル及びソ

ルピタンエステル等)、及び保護コロイド(ポバール、αーオレフィンー無水マレイン酸共重合体及び酸化ポリエチレン等)等を使用できる。また、逆相懸濁重合法の場合、従来から公知のシクロヘキサン、ノルマルヘキサン、ノルマルヘプタン、トルエン及びキシレン等の溶媒を使用して重合を行うことができる。

5

20

重合方法のうち、好ましくは溶液重合法であり、有機溶媒等を使用する必要がなく生産コスト面で有利なことから、特に好ましくは水溶液重合法である。

架橋重合体(A)の重合には重合開始剤を使用することができる。重 10 合開始剤としては特に限定はなく従来公知のものが使用でき、(i)ア ゾ系開始剤、(i i) 過酸化物系開始剤、(i i i) レドックス系開始 剤及び(i v) 有機ハロゲン化合物開始剤等が使用できる。

- (i) アゾ系開始剤としては、アゾビスイソブチロニトリル、アゾビスシアノ吉草酸及びその塩、2,2′-アゾビス(2-アミジノプロパ15 ン) ハイドロクロライド並びに2,2′-アゾビス(2-メチル-N-(2-ヒドロキシエチル)プロピオンアミド等が挙げられる。
  - (i i) 過酸化物系開始剤としては、無機過酸化物 [過酸化水素、過 , 硫酸アンモニウム、過硫酸カリウム及び過硫酸ナトリウム等]、有機過酸化物 [過酸化ベンゾイル、ジー t ーブチルパーオキサイド、クメンヒドロパーオキサイド、コハク酸パーオキサイド及びジ(2-エトキシエチル)パーオキシジカーボネート等]等が挙げられる。
- (i i i) レドックス系開始剤としては、亜硫酸アルカリ金属塩、重 亜硫酸アルカリ金属塩、亜硫酸アンモニウム、重亜硫酸アンモニウム、 塩化第2鉄、硫酸第2鉄及びアスコルビン酸等の少なくとも 1 種の還 元剤と、過硫酸アルカリ金属塩、過硫酸アンモニウム、過酸化水素及び 有機過酸化物等の少なくとも 1 種の酸化剤との組合せよりなるもの等

が挙げられる。

5

10

20

(iv) 有機ハロゲン化合物開始剤としては、ハロゲン化アルキル、ハロゲン化アルキルフェニルケトン、ハロゲン化アルキルカルボン酸及びハロゲン化アルキルカルボン酸アルキルエステルからなる群から選ばれるハロゲン数1~10、炭素数1~15の有機ハロゲン化合物等が用いられ、テトラクロロメタン、トリクロロブロモメタン、トリクロロヨードメタン、ジクロロメチルフェニルケトン、1ープロモー1ーメチルエチルカルボン酸及びアルキル基の炭素数1~12の1ープロモー1ーメチルエチルカルボン酸アルキルエステル(1ープロモー1ーメチルエチルカルボン酸メチル、1ープロモー1ーメチルエチルカルボン酸エチル、1ープロモー1ーメチルエチルカルボン酸エチル、1ープロモー1ーメチルエチルカルボン酸オクチル及び1ープロモー1ーメチルエチルカルボン酸ラウリル)等が挙げられる。

重合開始剤を使用する場合、重合開始剤の使用量(重量%)は、ピニ ルモノマー(a1)及び/又は(a2)、必要により使用するその他の ピニルモノマー(a3)並びに内部架橋剤(b)の合計重量に基づいて、0.005~0.5が好ましく、さらに好ましくは0.007~0.4、特に好ましくは0.009~0.3である。

なお、架橋重合体(A)の重合の際、後述する疎水性物質(C)又は 材料(D)をピニルモノマー(a1)及び/又は(a2)、(a3)並 びに(b)に、あるいは溶媒に溶解又は分散させて重合させてもよい。

25 重合によって得られる含水ゲル {架橋重合体(A)と水とを含む} は、 必要に応じて破砕することができる。破砕後の含水ゲルの大きさ(最長

径)は $50\mu m \sim 10cm$ が好ましく、さらに好ましくは $100\mu m \sim 2cm$ 、特に好ましくは $1mm \sim 1cm$ である。この範囲であると、乾燥工程での乾燥性がさらに良好となる。

破砕は、公知の方法で行うことができ、例えば、ベックスミル、ラバ 5 ーチョッパ、ファーマミル、ミンチ機、衝撃式粉砕機及びロール式粉砕 機等の通常の装置を使用して破砕できる。

架橋重合体(A)の重合に溶媒(水を含む)を使用する場合、重合後に溶媒を留去することができる。

溶媒に有機溶媒を含む場合、留去後の有機溶媒の含有量(重量%)は、 10 架橋重合体(A)の重量に基づいて、 $10\sim0.01$ が好ましく、さらに好ましくは $5\sim0.05$ 、特に好ましくは $3\sim0.1$ 、最も好ましくは $1\sim0.5$ である。この範囲であると、吸収性樹脂粒子の吸収性能 (特に保水量)がさらに良好となる。

また、溶媒に水を含む場合、留去後の水分(重量%)は、架橋重合体 15 (A)の重量に基づいて、0~20が好ましく、さらに好ましくは0~10、特に好ましくは0~5、最も好ましくは0~2である。この範囲であると、吸収性能(特に保水量)及び乾燥後のハンドリング性(架橋 重合体粒子の粉体流動性等)がさらに良好となる。

なお、有機溶媒の含有量及び水分は、赤外水分測定器 ((株) KET 20 T社製"JE400"等:120±5℃、30分、加熱前の雰囲気湿度 50±10%RH、ランプ仕様100V、40W) により加熱したとき の加熱前後の架橋重合体 (A) の重量減量から求められる。

前記溶媒を留去する方法は、80~230℃の温度の熱風で留去(乾燥)する方法、100~230℃に加熱されたドラムドライヤー等によ 25 る薄膜乾燥法、減圧乾燥法(加熱してもよい)、凍結乾燥法、赤外線による乾燥法、デカンテーション及び濾過等の通常の方法でよい。

さらに架橋重合体(A)は、乾燥後に粉砕することができる。

5

粉砕する場合、粉砕後の架橋重合体の重量平均粒径 ( $\mu$  m) は、100~800が好ましく、さらに好ましくは200~500、特に好ましくは300~400である。この範囲であると、粉砕後のハンドリング性 (架橋重合体粒子の粉体流動性等) がさらに良好となる。

重量平均粒径は、架橋重合体の各粒度分布を、横軸が粒径、縦軸が重 量基準の含有量として、対数確率紙にプロットし、全体の重量の50重 量%を占める粒径を求める方法による。

粒度分布は、JIS Z8815-1994に準拠して測定され、内 2150mm、深さ45mmの710μm、500μm、300μm、150μm及び106μmの目開きのふるいを、目開きの狭いふるいを 下にして重ね、一番上の最も目開きの広い710μmのふるいの上に、 測定試料50gを入れ、ふるい振動機にて10分間ふるい、各ふるいの 上に残った測定試料の重量を測定し、最初の測定試料の重量に基づく各 ふるいの上に残った測定試料の重量を測定し、最初の測定試料の重量に基づく各 ふるいの上に残った測定試料の重量%を求めることによって測定される。

微粒子の含有量は少ない方が吸収性能がよく、全粒子に占める106 μm以下の微粒子の含有量が3重量%以下が好ましく、さらに好ましく は全粒子に占める150μm以下の微粒子の含有量が3重量%以下であ る。

20 微粒子の含有量は、上記の重量平均粒径を求める際に作成するプロットを用いて求めることができる。

粉砕方法については、特に限定はなく、ハンマー式粉砕機、衝撃式粉砕機、ロール式粉砕機及びシェット気流式粉砕機等の通常の装置が使用できる。

25 得られた粉砕物は、必要により篩別して粒度調整される。 架橋重合体粒子の形状については特に限定はなく、不定形破砕状、リ

ン片状、パール状及び米粒状等が挙げられる。これらのうち、紙おむつ 用途等での繊維状物とのからみが良く、繊維状物からの脱落の心配がな いという観点から、不定形破砕状が好ましい。

疎水性物質(C)としては、炭化水素基を含有する疎水性物質(C1)、フッ素原子をもつ炭化水素基を含有する疎水性物質(C2)及びポリシロキサン構造をもつ疎水性物質(C3)等が使用できる。これらのうち、吸収性物品の耐モレ性等の観点から、ポリシロキサン構造をもつ疎水性物質(C3)が好ましい。

5

15

炭化水素基を含有する疎水性物質(C1)としては、ポリオレフィン
10 樹脂、ポリオレフィン樹脂誘導体、ポリスチレン樹脂、ポリスチレン樹脂
脂誘導体、ワックス、長鎖脂肪酸エステル樹脂、長鎖脂肪酸及びこれら
の2種以上の混合物等が含まれる。

ポリオレフィン樹脂としては、エチレン、プロピレン、イソブチレン 又はイソプレン等の炭素数 2~4のオレフィンを必須構成単量体(オレフィンの含有量はポリオレフィン樹脂の重量に基づいて、少なくとも5 0重量%)としてなる重量平均分子量1000~10·00000重合 体等が使用でき、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリイソブチレン、 ポリ(エチレンーイソブチレン)及びイソプレン等が挙げられる。

ポリオレフィン樹脂誘導体としては、ポリオレフィン樹脂にカルボキ 20 シル基(-COOH)や1,3-オキソ-2-オキサプロピレン(-COOCO-)等を導入した重量平均分子量1000~1000000 重合体(酸変性ポリオレフィン樹脂)等が使用でき、ポリエチレン熱減成体、ポリプロピレン熱減成体、マレイン酸変性ポリエチレン、塩素化ポリエチレン、マレイン酸変性ポリプロピレン、エチレン-アクリル酸 共重合体、エチレン-無水マレイン酸共重合体、イソプチレン-無水マレイン酸共重合体、イソプチレン-無水マレイン酸共重合体、マレイン化ポリプタジエン、エチレン-酢酸ビニル

共重合体及びエチレン-酢酸ピニル共重合体のマレイン化物等が挙げられる。なお、エチレン又はプチレンとの共重合体の場合、エチレン又はプチレンの含有量は、構成単量体のモル数に基づいて60~99.9モル%が好ましい。

5 ポリスチレンとしては、重量平均分子量1000~100000 重合体等が使用できる。

ポリスチレン樹脂誘導体としては、スチレンを必須構成単量体(スチレンの含有量は、ポリスチレン誘導体の重量に基づいて、少なくとも50重量%)としてなる重量平均分子量1000~100000重合体等が使用でき、スチレン-無水マレイン酸共重合体、スチレンープタジエン共重合体、スチレン-イソプチレン共重合体等が挙げられる。

10

ワックスとしては、融点50~200°Cのワックス等が使用でき、パラフィンワックス、ミツロウ、カルバナワックス及び牛脂等が挙げられる。

長鎖脂肪酸エステルとしては、炭素数 8~25の脂肪酸と炭素数 1~5のアルコールとのエステル等が使用でき、ラウリン酸メチル、ラウリン酸エチル、ステアリン酸メチル、ステアリン酸エチル、オレイン酸メ ルチル、オレイン酸エチル、グリセリンラウリン酸モノエステル、グリセリンステアリン酸モノエステル、グリセリンオレイン酸モノエステル、

20 ペンタエリスリットラウリン酸モノエステル、ペンタエリスリットステアリン酸モノエステル、ペンタエリスリットオレイン酸モノエステル、ソルビットラウリン酸モノエステル、ソルビットステアリン酸モノエステル、ソルビットオレイン酸モノエステル及び牛脂等が挙げられる。

長鎖脂肪酸としては、炭素数8~25の脂肪酸等が使用でき、ラウリ 25 ン酸、ステアリン酸、オレイン酸、ダイマー酸及びベヘニン酸等が挙げ られる。

炭化水素基を含有する疎水性物質(C1)のうち、吸収性物品の耐モレ性等の観点から、ポリオレフィン樹脂、ワックス及び長鎖脂肪酸エステルが好ましく、さらに好ましくはポリオレフィン樹脂及びワックス、特に好ましくはワックス、最も好ましくはパラフィンワックスである。

- 5 フッ素原子をもつ炭化水素基を含有する疎水性物質(C2)としては、パーフルオロアルカン、パーフルオロアルケン、パーフルオロアリール、パーフルオロアルキルエーテル、パーフルオロアルキルカルボン酸、パーフルオロアルキルアルコール及びこれらの2種以上の混合物等が含まれる。
- 10 パーフルオロアルカンとしては、フッ素原子数 4 ~ 4 2、炭素数 1 ~ 2 0 のアルカン等が使用でき、トリフルオロメタン、ペンタフルオロエタン、ペンタフルオロプロパン、ヘプタフルオロプロパン、ヘプタフルオロブタン、ノナフルオロヘキサン、トリデカフルオロオクタン及びヘプタデカフルオロドデカン等が挙げられる。
- 15 パーフルオロアルケンとしては、フッ素原子数 4 ~ 4 2、炭素数 2 ~ 2 0 のアルケン等が使用でき、トリフルオロエチレン、ペンタフルオロプロペン、トリフルオロプロペン、ヘプタフルオロブテン、ノナフルオロヘキセン、トリデカフルオロオクテン及びヘプタデカフルオロドデセン等が挙げられる。
- 20 パーフルオロアリールとしては、フッ素原子数 4 ~ 4 2 、炭素数 6 ~ 2 0 のアリール等が使用でき、トリフルオロベンゼン、ペンタフルオロトルエン、トリフルオロナフタレン、ヘプタフルオロベンゼン、ノナフルオロキシレン、トリデカフルオロオクチルベンゼン及びヘプタデカフルオロドデシルベンゼン等が挙げられる。
- 25 パーフルオロアルキルエーテル化合物としては、フッ素原子数 2 ~ 8 2、炭素数 2 ~ 4 0 のエーテル等が使用でき、ジトリフルオロメチルエ

ーテル、ジペンタフルオロエチルエーテル、ジペンタフルオロプロピル エーテル、ジヘプタフルオロプロピルエーテル、ジヘプタフルオロプチ ルエーテル、ジノナフルオロヘキシルエーテル、ジトリデカフルオロオ クチルエーテル及びジヘプタデカフルオロドデシルエーテルが挙げられ る。

5

15

パーフルオロアルキルカルボン酸としては、フッ素原子数  $3 \sim 41$ 、 炭素数  $1 \sim 21$  のカルボン酸等が使用でき、ペンタフルオロエタン酸、ペンタフルオロプロパン酸、ヘプタフルオロプロパン酸、ヘプタフルオロプタン酸、 トリデカフルオロオクタン酸、

10 ヘプタデカフルオロドデカン酸及びこれらの金属(アルカリ金属及びアルカリ土類金属等)塩等が挙げられる。

パーフルオロアルキルアルコールとしては、フッ素原子数3~41、 炭素数1~20のアルコール等が使用でき、ペンタフルオロエタノール、 ペンタフルオロプロパノール、ヘプタフルオロプロパノール、ヘプタフ ルオロブタノール、ノナフルオロヘキサノール、トリデカフルオロオク タノール及びヘプタデカフルオロドデカノール等が挙げられ、これらの 他に、これらのエチレンオキサイド(1~20個)付加体等が挙げられ る。

フッ素原子をもつ炭化水素基を含有する疎水性物質(C2)のうち、20 吸収性物品の耐モレ性等の観点から、パーフルオロアルキルエーテル、パーフルオロアルキルカルボン酸及びパーフルオロアルキルアルコールが好ましく、さらに好ましくはパーフルオロアルキルエーテル及びパーフルオロアルキルカルボン酸、特に好ましくはパーフルオロアルキルカルボン酸、最も好ましくはペンタフルオロプロパン酸である。

25 ポリシロキサン構造をもつ疎水性物質(C3)としては、シリコーン 及び変性シリコーン等が使用でき、ポリジメチルシロキサン、ポリエー

テル変性ポリシロキサン {ポリオキシエチレン変性ポリシロキサン及びポリ (オキシエチレン・オキシプロピレン)変性ポリシロキサン等}、カルボキシル変性ポリシロキサン、エポキシ変性ポリシロキサン、アミノ変性ポリシロキサン、アルコキシ変性ポリシロキサン等及びこれらの混合物等が含まれる。

5

10

15

ポリシロキサン構造をもつ疎水性物質(C3)のうち、吸収性物品の耐モレ性等の観点から、シリコーン及び変性シリコーンが好ましく、次に好ましくは変性シリコーン、さらに好ましくはポリエーテル変性ポリシロキサン、アミノ変性ポリシロキサン及びカルボキシル変性ポリシロキサン、特に好ましくはポリエーテル変性ポリシロキサン及びアミノ変性ポリシロキサン、最も好ましくはアミノ変性ポリシロキサンである。

変性シリコーンを使用する場合、有機基(変性基)を導入する位置としては、特に限定はしないが、ポリシロキサンの側鎖、ポリシロキサンの両末端、ポリシロキサンの側鎖と両末端との両方のいずれでもよい。これらのうち、吸収性物品の耐モレ性等の観点から、ポリシロキサンの側鎖及びポリシロキサンの側鎖と両末端との両方が好ましく、さらに好ましくはポリシロキサンの側鎖と両末端との両方である。

ポリエーテル変性ポリシロキサンの有機基(変性基)としては、ポリ オキシエチレン基、ポリ (オキシエチレン・オキシプロピレン) 基を含 有する基等が含まれる。ポリエーテル変性ポリシロキサンに含まれるオキシエチレン基及び/又はオキシプロピレン基の含有量(個)は、ポリエーテル変性ポリシロキサン1分子あたり、2~40が好ましく、さらに好ましくは5~30,特に好ましくは7~20,最も好ましくは10~15である。この範囲であると、吸収性物品の耐モレ性等がさらに良好となる。また、オキシエチレン基及びオキシプロピレン基を含む場合、

オキシエチレン基の含有量(重量%)は、ポリシロキサンの重量に基づいて、 $1 \sim 30$  が好ましく、さらに好ましくは $3 \sim 25$ 、特に好ましくは $5 \sim 20$  である。この範囲であると、吸収性物品の耐モレ性等がさらに良好となる。

- 5 カルボキシル変性ポリシロキサンの有機基(変性基)としてはカルボキシ基を含有する基等が含まれ、エポキシ変性ポリシロキサンの有機基(変性基)としてはエポキシ基を含有する基等が含まれ、アミノ変性ポリシロキサンの有機基(変性基)としてはアミノ基(1、2,3級アミノ基)を含有する基等が含まれる。
- 10 これらの変性シリコーンの有機基(変性基)の含有量(KOHmg/g)は、カルボキシ当量、エポキシ当量又はアミノ当量として、400~1000が好ましく、さらに好ましくは600~5000,特に好ましくは800~3000,最も好ましくは1000~1500である。すなわち、これらの変性シリコーンの有機基の含有量(KOHmg/g)の下限は、カルボキシ当量、エポキシ当量又はアミノ当量として、400が好ましく、さらに好ましくは600、特に好ましくは800、最も好ましくは1000、同様に上限としては1000が好ましく、さらに好ましくは5000、特に好ましくは3000、最も好ましくは1500である。この範囲であると、吸収性物品の耐モレ性がさらに良20 好となる。

アルコキシ変性ポリシロキサンの有機基(変性基)としては、メトキシ、エトキシ、プトキシ、オクチルオキシ、ウンドデシルオキシ、ヘキサデシルオキシ及びオクタデシルオキシ等のアルコキシ基等が含まれる。アルコキシ基の炭素数としては、1~40が好ましく、さらに好ましくは5~30、特に好ましくは10~20、最も好ましくは12~18である。この範囲であると、吸収性物品の耐モレ性がさらに良好となる。

疎水性物質 (C) の25℃における粘度 (mPa・s) は、10~2, 000が好ましく、さらに好ましくは15~1,500、特に好ましくは20~1000である。すなわち、疎水性物質 (C) の25℃における粘度 (mPa・s) の下限は、10が好ましく、さらに好ましくは15、特に好ましくは20であり、同様に上限は、2,000が好ましく、さらに好ましくは1,500、特に好ましくは1000である。この範囲であると、吸収性物品の耐モレ性がさらに良好となる。

5

25

疎水性物質(C)のHLB値は、1~10が好ましく、さらに好ましくは2~8、特に好ましくは3~6である。すなわち、(C)のHLB 10 値の下限は、1が好ましく、さらに好ましくは2、特に好ましくは3であり、同様に上限は、10が好ましく、さらに好ましくは8、特に好ましくは6である。この範囲であると、吸収性物品の耐モレ性がさらに良好となる。

疎水性物質(C)の含有量(重量%)は、架橋重合体(A)の重量に 基づいて、0.001~3が好ましく、さらに好ましくは0.005~ 2、特に好ましくは0.07~1.5、最も好ましくは0.1~1であ る。すなわち、(C)の含有量(重量%)の下限は、(A)の重量に基 づいて、0.001が好ましく、さらに好ましくは0.005、特に好 ましくは0.07、最も好ましくは0.1であり、同様に上限は、3が 20 好ましく、さらに好ましくは2、特に好ましくは1.5、最も好ましく は1である。この範囲であると、拡散下吸収量及び保水量がさらに良好 な範囲となる。

本発明の吸収性樹脂粒子は、吸収性樹脂粒子の内部に疎水性物質 (C)の一部又は全部を含んでなる構造を有すれば、疎水性物質(C) は、どのように含まれていても構わない。しかし、吸収性樹脂粒子の内 部に疎水性物質(C)の一部又は全部を含んでなる構造は、(1)吸収

性樹脂粒子の内部に(C)からなる連結部(RC)を含んでなる構造、 又は(2)親水性材料(d1)又は疎水性材料(d2)の表面の一部又 は全部に疎水性物質(C)をコーティング又は含浸した材料(D)を吸 収性樹脂粒子の内部に含んでなる構造が好ましい。

5 (1)吸収性樹脂粒子の内部に(C)からなる連結部(RC)を含んでなる構造について説明する。

連結部(RC)とは、疎水性物質(C)の全表面積の少なくとも半分の表面が架橋重合体(A)と接触して形成される(A)-(C)-(A)からなるサンドイッチ構造を意味する。

10 なお、疎水性物質(C)が吸収性樹脂粒子の表面にのみ存在する場合、(A)-(C)からなる2層構造を形成するが(A)-(C)-(A)からなるサンドイッチ構造とはならない。すなわち、このような2層構造は本発明で言う連結部(RC)には含まれない。

したがって、吸収性樹脂粒子の内部に連結部 (RC) を含んでなる構 15 造とは、このサンドイッチ構造 { (A) - (C) - (A) } が吸収性樹 脂粒子の内部に存在する構造を意味する。

なお、疎水性物質(C)は、吸収性樹脂粒子の表面の一部にも存在していていることが好ましく、さらに好ましくは吸収性樹脂粒子表面に(C)が存在し、その表面の(C)と吸収性樹脂粒子内部の(C)とが連続的につながっていることである。

20

連結部(RC)の形状は特に制限はないが、吸収性物品の耐モレ性等の観点から、層状、面状、棒状、管状、球状、網目状及びこれらの組合せ等が好ましく、さらに好ましくは層状及び面状、さらに好ましくは層状である。連続部(RC)の大きさ(最長部分:単位μm)としては、

 $10 \sim 1000$  の直線部分を含むことが好ましく、さらに好ましくは  $0 \sim 800$ 、特に好ましくは  $100 \sim 700$ 、最も好ましくは  $200 \sim$ 

600の直線部分を含むことである。この範囲であると、吸収性物品の耐モレ性がさらに良好となる。

連続部(RC)の形状及び大きさは、疎水性物質(C)がフッ素原子をもつ炭化水素基を含有する疎水性物質(C2)及び/又はポリシロキ サン構造をもつ疎水性物質(C3)の場合、例えば電子線マイクロアナライザー(EPMA)(例えば、日本電子株式会社製"JXA-8621MX")でフッ素原子及び/又はシリコン原子等のマッピングを行うことにより計測できる。また、疎水性物質(C)が炭化水素基を含有する疎水性物質(C1)の場合、本発明の吸収性樹脂粒子をマイクロトームでカットし、ヘキサン及び/又はジメチルエーテル等の非極性溶媒でカット断面を洗浄した後、SEM(走査型電子顕微鏡)で観察することにより計測できる。

吸収性樹脂粒子が連結部 (RC) を含んでなる構造である場合、吸収性樹脂粒子は、(1)連結部 (RC) を形成してから、これと架橋重合 体 (A) と混合する方法、または (2) (A) を製造しながら連結部 (RC) を形成する方法等により製造され得る。

(1)の方法において、連結部(RC)は、疎水性物質(C)をフィルムの粉砕物、ビーズ、棒状又は繊維状に加工することにより形成され得る。フィルムの粉砕物の重量平均粒径( $\mu$ m)は20~1000が好20 ましく、さらに好ましくは50~500、特に好ましくは100~400である。ビーズの重量平均粒子径( $\mu$ m)は、0.5~100が好ましく、さらに好ましくは2~300、特に好ましくは5~100である。棒状の長さ( $\mu$ m)は、20~1000が好ましく、さらに好ましくは50~500特に好ましくは100~400であり、直径( $\mu$ m)は、25 0.5~50が好ましく、さらに好ましくは1~30、特に好ましくは

 $2\sim15$ である。繊維状の長さ( $\mu$ m)は、 $20\sim1000$ が好ましく、

さらに好ましくは $50\sim500$ 、特に好ましくは $100\sim400$ であり、直径 ( $\mu$ m) は、 $0.5\sim50$ が好ましく、さらに好ましくは $1\sim30$ 、特に好ましくは $2\sim15$ である。これらの範囲であると、吸収性物品の耐モレ性がさらに良好となる。

炭化水素基を含有する疎水性物質 (C1) からなる連結部 (RC1) 5 としては、ポリスチレンビーズ及びポリエチレンビーズ等のビーズ、並 びにポリエチレンフイルム (例えば、タマポリ社製: "SE625 М"、 "UB-1") 及びポリスチレンフィルム(例えば旭化成社製: "OP S"等)等のフィルムの粉砕品(重量平均粒度20~1000μm)等 が挙げられる。ポリシロキサンを含有する疎水性物質(C3)からなる 10 連結部(RC3)としては、シリコーンビーズ {例えば、GE東芝シリ コーン社製: "トスパール240" (不定形シリコーン樹脂微粉末、重 量平均粒径4μm)、"トスパール3120"(真球状シリコーン樹脂 微粉末、重量平均粒径12 μm)、"トスパール145" (真球状シリ コーン樹脂微粉末、重量平均粒径4.5 μm)等}等が挙げられる。フ 15 ッ素原子をもつ炭化水素基を含有する疎水性物質(C2)からなる連結 部(RC2)としては、フッ素フィルム (例えば、旭ガラス社製: "F LUON PTFE" (ポリテトラフルオロエチレンフィルム)、"F LUON PFA" (四フッ化エチレンとパーフルオロエチレンとの共 重合物のフィルム)、"FLUON AFLAS" (テトラフルオロエ 20 チレンとプロピレンとの共重合物のフィルム) 等} の粉砕品 (重量平均 粒径20~1000μm) 等が挙げられる。

これらのうち、吸収性物品の耐モレ性等の観点から、フィルムの破砕物が好ましく、さらに好ましくはフッ素フィルムの破砕物である。

25 架橋重合体(A)と連結部(RC)との混合方法としては、疎水性物質(C)が架橋重合体(A)の内部に存在するように{すなわち、架橋

重合体(A)と疎水性物質(C)とがサンドイッチ構造となるように} 混合されれば制限がない。

しかし、連結部(RC)は、架橋重合体(A)の乾燥体ではなく、(A)の含水ゲル又は(A)の重合液と混合されることが好ましく、さらに好ましくは(A)の含水ゲルと混合されることである。なお、混合は、練り込むように均一混合することが好ましい。

水溶液重合法により架橋重合体(A)を得るとき、連結部(RC)と (A)とを混合・混練するタイミングとしては特に制限はないが、重合 工程中、重合工程直後、含水ゲルの破砕(ミンチ)中及び含水ゲルの乾 燥中等が挙げられる。これらのうち、吸収性物品の耐モレ性等の観点から、重合工程直後及び含水ゲルの破砕(ミンチ)工程中が好ましく、さらに好ましくは含水ゲルの破砕(ミンチ)工程中である。

10

25

逆相懸濁重合法又は乳化重合により架橋重合体(A)を得るとき、連結部(RC)と(A)とを混合するタイミングとしては特に制限はないが、重合工程中{(A)を製造しながら連結部(RC)を形成する}、重合工程直後、脱水工程中(水分10重量%前後まで脱水する工程中)、脱水工程直後、重合に用いた有機溶媒を分離留去する工程中、含水ゲルの乾燥中等が挙げられる。これらのうち、吸収性物品の耐モレ性等の観点から、重合工程中、重合工程直後、脱水工程中、脱水工程直後、重合に用いた有機溶媒を分離留去する工程中が好ましく、さらに好ましくは重合工程中、重合工程直後である。

含水ゲルの乾燥中に混合する場合、混合装置としては、ベックスミル、ラバーチョッパ、ファーマミル、ミンチ機、衝撃式粉砕機及びロール式 粉砕機等の通常の装置が使用できる。重合液中で混合する場合、ホモミ キサー、バイオミキサー等の比較的攪拌力の高い装置を使用できる。ま た、含水ゲルの乾燥中で混合する場合、SVミキサー等の混練装置も使

用できる。

5

10

(2) 架橋重合体(A) を製造しながら連結部(RC)を形成する方法において、連結部(RC)は、疎水性物質(C)の存在下で(A)を重合することにより形成される。また、架橋重合体(A)の重合液に疎水性物質(C)を溶解又は乳化(分散)させておき、(A)の重合の進行と共に(C)を析出させながら、連結部を形成することもできる。

疎水性物質(C)は、水及び/又は揮発性溶媒に、溶解及び/又は乳化した形態でも使用できる(ただし、乳化剤は使用しない)。揮発性溶媒としては、除去しやすさの観点等から、20 ℃での蒸気圧(Pa)が $0.13\sim5.3$ のものが好ましく、さらに好ましくは $0.15\sim4.5$ 、特に好ましくは $0.23\sim3.8$ のものである。

揮発性溶媒としては、炭素数1~3のアルコール(メタノール、エタノール及びイソプロピルアルコール等)、炭素数5~8の炭化水素(ペンタン、ヘキサン、シクロヘキサン及びトルエン等)、炭素数2~4の15 エーテル(ジメチルエーテル、ジエチルエーテル及びテトラヒドロフラン等)、炭素数3~4のケトン(アセトン及びメチルエチルケトン等)、及び炭素数3~5のエステル(蟻酸エチル、酢酸エチル、酢酸イソプロピル及び炭酸ジエチル等)等が挙げられる。水及び/又は揮発性溶媒を使用する場合、これらの使用量(重量%)は、疎水性物質(C)の重量20 に基づいて、1~900が好ましく、さらに好ましくは5~700、特に好ましくは10~400である。水及び揮発性溶媒を使用する場合、水の使用量(重量%)は、水及び揮発性溶媒を使用する場合、水の使用量(重量%)は、水及び揮発性溶媒の重量に基づいて、50~98が好ましく、さらに好ましくは60~95、特に好ましくは70~90である。

25 (2) 親水性材料(d1) 又は疎水性材料(d2) の表面の一部又は 全部に疎水性物質(C) をコーティング又は含浸した材料(D) を吸収

性樹脂粒子の内部に含んでなる構造について説明する。

材料(D)としては、親水性材料(d1)又は疎水性材料(d2)に 疎水性物質(C)をコーティング又は含浸させたもの等が使用できる。

親水性材料 (d 1) としては、親水性有機ポリマー (d 1 1) 及び親 5 水性無機物 (d 1 2) 等が含まれる。

親水性有機ポリマー(d11)としては、高分子電解質 {架橋重合体 (A)等}、セルロース(パルプ、木綿、オガクズ及びワラ等)、羊毛、ミクロフィブリル及びバクテリアセルロース等が挙げられる。

親水性無機物 (d 1 2) としては、ガラス、シリカゲル、シリカ及び 10 クレー等が挙げられる。

疎水性材料(d2)としては、疎水性有機ポリマー(d21)及び疎水性無機物(d22)等が含まれる。

疎水性有機ポリマー(d 2 1)としては、重量平均分子量1000~100000の合成樹脂等が使用でき、連結部(R C)に使用できる 疎水性物質(C 1)や、ポリスチレン樹脂、ポリエチレン樹脂、ポリプロピレン樹脂、アクリル樹脂、ポリエステル樹脂、ポリアミド樹脂、エポキシ樹脂及びウレタン樹脂等が用いられる。

ポリスチレン樹脂としては、ポリスチレン、スチレン-エチレン共重 合物、スチレン-プタジエン共重合物等が挙げられる。

20 ポリエチレン樹脂としては、高密度ポリエチレン、低密度ポリエチレン等が挙げられる。

ポリプロピレン樹脂としては、ポリプロピレン、エチレンープロピレン共重合物等が挙げられる。

アクリル樹脂としては、(メタ)アクリル酸メチル、(メタ)アクリ 25 ル酸エチル、炭素数が8~22の長鎖アルキルアルコールの(メタ)ア クリルエスエル等の重合体が挙げられる。

ポリエステル樹脂としては、ポリエチレンテレフタレート、ポリプタ ジエンテレフタレート等が挙げられる。

ポリアミド樹脂としては、ナイロン等が挙げられる。

エポキシ樹脂としては、通常のエポキシ樹脂の硬化物等が挙げられる。

5 ウレタン樹脂としては、通常のポリオールのイシシアネートの硬化物 等が挙げられる。

疎水性無機物(d22)としては、炭素繊維、カオリン、タルク、マイカ、ベントナイト、セリサイト、アスベスト及びシラス等が挙げられる。

10 これらのうち、親水性材料(d1)が好ましく、さらに好ましくは親水性有機ポリマー(d11)、特に好ましくはセルロース及び高分子電解質である。

親水性材料(d1)及び疎水性材料(d2)の形状としては、不定形 (破砕状)、真球状、フィルム状、棒状及び繊維状等のいずれでもよい が、不定形(破砕状)又はフィルム状が好ましく、さらに好ましくは不 定形(破砕状)である。

15

20

親水性材料(d 1)及び疎水性材料(d 2)の体積平均粒径( $\mu$  m)  $\mu$  は、 $1\sim1000$ が好ましく、さらに好ましくは $5\sim500$ 、特に好ましくは $10\sim250$ 、より特に好ましくは $15\sim150$ 、最も好ましくは $10\sim100$ である。この範囲であると、吸収性物品の耐モレ性がさらに良好となる。

なお、体積平均粒径は、JIS Z8825-1:2001に準拠して、光散乱法(溶媒:メタノール)により測定される。

材料(D)が、疎水性材料(d2)に疎水性物質(C)がコーティン 25 グ又は含浸された材料である場合、コーティング又は含浸させる疎水性 物質(C)としては、吸収性物品の耐モレ性等の観点から、炭化水素基

を含有する疎水性物質(C 1)のうち、ポリオレフィン樹脂、ワックス及び長鎖脂肪酸エステルが好ましく、さらに好ましくはワックス及び長鎖脂肪酸エステル、特に好ましくはワックス、最も好ましくはパラフィンワックスである。また、同様に、フッ素原子をもつ炭化水素基を含有する疎水性物質(C 2)のうち、パーフルオロアルカン及びパーフルオロアルキルエーテルが好ましく、さらに好ましくはパーフルオロアルキルエーテル、特に好ましくはジペンタフルオロプロピルエーテル、ジへプタフルオロプロピルエーテル、ジへプタフルオロプチルエーテル及びジノナフルオロヘキシルエーテル、最も好ましくはジへプタフルオロプロピルエーテルをびジへプタフルオロブチルエーテルである。また、同様に、ポリシロキサン構造をもつ疎水性物質(C 3)のうち、ポリジメチルシロキサン及びアルコキシ変性ポリシロキサンが好ましく、さらに好ましくはポリジメチルシロキサンである。

これらの疎水性物質のうち、ポリシロキサン構造をもつ疎水性物質 (C3)が好ましい。

材料(D)が、親水性材料(d1)に疎水性物質(C)がコーティング又は含浸された材料である場合、コーティング又は含浸させる疎水性物質(C)としては、吸収性物品の耐モレ性等の観点から、炭化水素基を含有する疎水性物質(C1)のうち、ポリオレフィン樹脂誘導体、ワックス誘導体及び長鎖脂肪酸エスエルが好ましく、さらに好ましくはワックス誘導体及び長鎖脂肪酸エスエル、特に好ましくは長鎖脂肪酸エステル、最も好ましくはペンタエリスリットオレイン酸モノエステル及びソルピットオレイン酸モノエステルである。また、同様に、フッ素原子をもつ炭化水素基を含有する疎水性物質(C2)のうち、パーフルオロアルキルカルボン酸及びパーフルオロアルキルアルコールが好ましく、さらに好ましくはパーフルオロアルキルカルボン酸金属塩及びパーフル

20

25

オロアルキルアルコール、特に好ましくはパーフルオロアルキルカルボン酸金属塩である。また、同様に、ポリシロキサン構造をもつ疎水性物質(C3)のうち、ポリエーテル変性ポリシロキサン、カルボキシル変性ポリシロキサン及びアミノ変性ポリシロキサンが好ましく、さらに好ましくはカルボキシル変性ポリシロキサン、エポキシ変性ポリシロキサン及びアミノ変性ポリシロキサン、エポキシ変性ポリシロキサン及びアミノ変性ポリシロキサン、特に好ましくカルボキシル変性ポリシロキサン及びアミノ変性ポリシロキサン、最も好ましくはアミノ変性ポリシロキサンである。

5

15

これらの疎水性物質のうち、ポリシロキサン構造をもつ疎水性物質
10 (C3)が好ましい。

材料 (D) 中の疎水性物質 (C) の含有量 (重量%) は、 (D) の重量に基づいて、 $0.001\sim3$  が好ましく、さらに好ましくは $0.005\sim1$ 、特に好ましくは $0.07\sim0.5$ 、最も好ましくは $0.1\sim0.3$ である。この範囲であると、吸収性物品の耐モレ性がさらに良好となる。

材料 (D) の含有量 (重量%) は、架橋重合体 (A) の重量に基づいて、 $0.1\sim50$ が好ましく、さらに好ましくは $0.5\sim20$ 、特に好ましくは $1\sim10$ 、最も好ましくは $2\sim4$ である。この範囲であると、吸収性物品の耐モレ性がさらに良好となる。

20 吸収性樹脂粒子が材料(D)を含んでなる構造である場合、吸収性樹脂粒子は、(1)材料(D)と架橋重合体(A)と混合・混練する方法、または、(2)材料(D)の存在下で架橋重合体(A)を重合する方法等により製造され得る。

(1)架橋重合体(A)と材料(D)との混合方法としては、材料(D)が架橋重合体(A)の内部に存在するように {好ましくは架橋重合体(A)と材料(D)とがサンドイッチ構造となるように} 混合され

れば制限がない。

20

しかし、材料(D)は、架橋重合体(A)の乾燥体ではなく、(A)の含水ゲル又は(A)の重合液と混合されることが好ましく、さらに好ましくは(A)の含水ゲルと混合されることである。なお、混合は、練り込むように均一混合することが好ましい。

材料(D)と(A)とを混合するタイミングとしては特に制限はないが、連結部(RC)を混合する場合と同じである。

混合・混練装置としては、連結部(RC)を混合するのに用いられる ものと同じものが使用できる。

10 (2)材料(D)の存在下で架橋重合体(A)を重合する方法において、架橋重合体(A)の重合液に材料(D)を乳化又は分散させておき、 重合させることもできる。

疎水性物質(C)を親水性材料(d1)又は疎水性材料(d2)の表面の一部又は全部にコーティング又は含浸させる際、疎水性物質(C)

15 は、溶媒に溶解又は乳化・分散するか、または(C)の融点以上に加熱 して溶融することにより、液体として用いることができる。

親水性材料(d1)又は疎水性材料(d2)に疎水性物質(C)をコーティング又は含浸するには、(d1)又は(d2)に上記液体を噴霧するか、上記液体に(d1)又は(d2)をディッピングすることにより達成できる。なお、親水性材料(d1)又は疎水性材料(d2)に固体状の疎水性物質(C)又は(C)の乳化分散体を接触させた後、

(C)の融点以上に加熱してコーティング又は含浸することもできる。

コーティング又は含浸するのに溶媒を用いた場合、溶媒を留去することが好ましい。また、この場合、留去後の有機溶媒の含有量(重量%)

25 は、材料(D)の重量に基づいて、 $10\sim0.01$ が好ましく、さらに 好ましくは $5\sim0.05$ 、特に好ましくは $3\sim0.1$ 、最も好ましくは

 $1 \sim 0$ . 5 である。この範囲であると、吸収性物品の耐モレ性(特に保水量)がさらに良好となる。また、溶媒に水を含む場合、留去後の水分(重量%)は、材料(D)の重量に基づいて、 $0 \sim 2$  0 が好ましく、さらに好ましくは $0 \sim 1$  0 、特に好ましくは $0 \sim 5$  、最も好ましくは $0 \sim 2$  である。この範囲であると、吸収性物品の耐モレ性(特に保水量)がさらに良好となる。

5

15

20

25

なお、留去する方法及び溶媒の含有量の測定法は架橋重合体 (A) の場合と同じである。

使用できる溶媒としては、(C)を溶解するものであれば特に限定は 10 しないが、上述の水及び/又は揮発性溶媒が好ましい。

噴霧、ディッピング又は接触に適用できる混合装置としては、ナウターミキサー及びタービュライザ等が挙げられる。

吸収性樹脂粒子に水を含んだ含水ゲル粒子の場合、必要に応じて、この含水ゲルを破砕することができる。破砕後の含水ゲル粒子の大きさ(最長径)は $50\mu m \sim 10 cm$ が好ましく、さらに好ましくは $100\mu m \sim 2 cm$ 、特に好ましくは $1mm \sim 1 cm$ である。この範囲であると、乾燥工程での乾燥性がさらに良好となる。

破砕方法は、架橋重合体(A)の場合と同様の方法が採用できる。 吸収性樹脂粒子の製造に溶媒(揮発性溶媒を含む)を使用する場合、 重合後に溶媒を留去することができる。

溶媒に有機溶媒を含む場合、留去後の有機溶媒の含有量(重量%)は、吸収性樹脂粒子の重量に基づいて、 $10\sim0.01$ が好ましく、さらに好ましくは $5\sim0.05$ 、特に好ましくは $3\sim0.1$ 、最も好ましくは $1\sim0.5$ である。この範囲であると、吸収性樹脂粒子の吸収性能(特に保水量)がさらに良好となる。

また、溶媒に水を含む場合、留去後の水分(重量%)は、吸収性樹脂

粒子の重量に基づいて、 $0\sim20$ が好ましく、さらに好ましくは $0\sim1$ 0、特に好ましくは $0\sim5$ 、最も好ましくは $0\sim2$ である。この範囲であると、吸収性能(特に保水量)及び乾燥後のハンドリング性(吸収性樹脂粒子の粉体流動性等)がさらに良好となる。

5 なお、有機溶媒の含有量及び水分の測定法、並びに溶媒の留去方法は、 架橋重合体(A)の場合と同様である。

吸収性樹脂粒子は、粉砕することができる。吸収性樹脂粒子が溶媒を含む場合、溶媒を留去(乾燥)してから粉砕することが好ましい。

粉砕する場合、粉砕後の重量平均粒径 (μm) は、100~800が 10 好ましく、さらに好ましくは200~500、特に好ましくは300~400である。この範囲であると、粉砕後のハンドリング性 (吸収性樹脂粒子の粉体流動性等) がさらに良好となる。なお、重量平均粒径は架橋重合体 (A) の場合と同様にして測定できる。

微粒子の含有量は少ない方が吸収性能がよく、全粒子に占める106 15 μm以下の微粒子の含有量が3重量%以下が好ましく、さらに好ましく は全粒子に占める150μm以下の微粒子の含有量が3重量%以下であ る。微粒子の含有量は、上記の重量平均粒径を求める際に作成するプロ ットを用いて求めることができる。

粉砕及び粒度調整は、架橋重合体(A)の場合と同様の方法が採用で 20 きる。

吸収性樹脂粒子の形状については特に限定はなく、不定形破砕状、リン片状、パール状及び米粒状等が挙げられる。これらのうち、紙おむつ 用途等での繊維状物とのからみが良く、繊維状物からの脱落の心配がないという観点から、不定形破砕状が好ましい。

25 吸収性樹脂粒子は必要に応じて表面架橋を行うことができる。表面架橋を行うための架橋剤(表面架橋剤)としては、内部架橋剤(b)と同

じものが使用できる。表面架橋剤としては、吸収性樹脂粒子の吸収性能等の観点から、水溶性ビニルモノマー(a1)の水溶性置換基及び/又はビニルモノマー(a2)の加水分解によって生成する水溶性置換基と反応し得る官能基を少なくとも2個以上有する架橋剤(b3)が好ましく、さらに好ましくは多価グリシジル、特に好ましくはエチレングリコールジグリシジルエーテル及びグリセリンジグリシジルエーテル、最も好ましくはエチレングリコールジグリシジルエーテルである。

5

25

表面架橋する場合、表面架橋剤の含有量(重量%)は、ビニルモノマー(a1)及び/又は(a2)、内部架橋剤(b)並びに必要により使用するその他のビニルモノマー(a3)の合計重量に基づいて、0.001~7が好ましく、さらに好ましくは0.002~5、特に好ましくは0.003~4である。すなわち、この場合、表面架橋剤の含有量(重量%)の上限は、(a1)及び/又は(a2)、(b)並びに(a3)の合計重量に基づいて、7が好ましく、さらに好ましくは5、特に好ましくは4であり、同様に下限は0.001が好ましく、さらに好ましくは0.002、特に好ましくは0.003である。この範囲であると、さらに吸収性能が良好となる。表面架橋は表面架橋剤を含む水溶液を吸収性粒子に噴霧又は含浸させた後、加熱処理(100~200℃)する方法等により達成できる。

20 本発明の吸収性樹脂粒子には、拡散浸透剤(E)を構成成分としてさらに含むことが好ましい。拡散浸透剤(E)を含むと、さらに吸収性能(吸収量及び吸収速度)が良好となる。

拡散浸透剤(E)は、吸収性樹脂粒子内部において液体の拡散性及び 浸透性を向上させるための添加剤であり、従来公知の界面活性剤等(例 えば「水溶性高分子の最新技術」CMC出版2000年5月発行;また は「界面活性剤の応用技術」CMC出版2002年12月発行に記載の

界面活性剤)が使用できる。架橋重合体(A)が、水溶液重合で得られる場合には、界面活性剤のうち、アニオン性界面活性剤、非イオン性界面活性剤、カチオン性界面活性剤及び両性界面活性剤が使用でき、これらの1種又は2種以上を併用してもよい。

アニオン性界面活性剤としては、炭素数12~300のエーテルカル 5 ボン酸又はその塩、 [ポリオキシエチレン (重合度=1~5) ラウリル エーテル酢酸ナトリウム及びポリオキシエチレン(重合度=1~5)ラ ウリルスルホコハク酸2ナトリウム等]、炭素数12~300のアルキ ル(エーテル)硫酸エステル塩[ラウリル硫酸ナトリウム、ポリオキシ エチレン(重合度=1~5) ラウリル硫酸ナトリウム、ポリオキシエチ 10 レン(重合度=1~5)ラウリル硫酸トリエタノールアミン及びポリオ キシエチレン(重合度=1~5)ヤシ油脂肪酸モノエタノールアミド硫 酸ナトリウム〕、炭素数12~24のアルキル(又はアルキルフェニ ル)スルホン酸塩[ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ジエチル ヘキシルスルホコハク酸ナトリウム等]、炭素数12~300のアルキ 15 ル (エーテル) リン酸エステル塩 [ラウリルリン酸ナトリウム及びポリ オキシエチレン(重合度=1~100)ラウリルエーテルリン酸ナトリ ウム等]、炭素数12~24の脂肪酸塩[ラウリン酸ナトリウム及びラ ウリン酸トリエタノールアミン等]、アシル化アミノ酸塩[ヤシ油脂肪 酸メチルタウリンナトリウム、ヤシ油脂肪酸サルコシンナトリウム、ヤ 20 シ油脂肪酸サルコシントリエタノールアミン、N-ヤシ油脂肪酸アシル -L-グルタミン酸トリエタノールアミン、N-ヤシ油脂肪酸アシルー Lーグルタミン酸ナトリウム及びラウロイルメチルーβーアラニンナト リウム等]及びその他[スルホコハク酸ポリオキシエチレン(重合度= 1~5) ラウロイルエタノールアミド2ナトリウム等] 等が挙げられる。 25 また、ノニオン性界面活性剤としては、脂肪族アルコール (炭素数1

2~24) アルキレンオキサイド(炭素数2~5) 付加物(重合度=1 ~5) [ラウリルアルコールエチレンオキサイド付加(重合度=3)物、 オレイルアルコールエチレンオキサイド付加(重合度=3)物及びマッ コーアルコールエチレンオキサイド付加(重合度=3)物等]、ポリオ キシアルキレン (炭素数2~8、重合度=1~5) 高級脂肪酸 (炭素数 5 12~24) エステル [モノステアリン酸ポリエチレングリコール (重 合度=3)及びジステアリン酸ポリエチレングリコール(重合度=3) 等]、多価(2~10価)アルコール脂肪酸(炭素数8~24)エステ ル「モノステアリン酸グリセリン、モノステアリン酸エチレングリコー 10 ル、ソルビタンラウリン酸(モノ/ジ)エステル、ソルビタンパルミチ ン酸(モノ/ジ)エステル、ソルビタンステアリン酸(モノ/ジ)エス テル、ソルビタンオレイン酸(モノ/ジ)エステル及びソルビタンヤシ 油(モノ/ジ)エステル等]、ポリオキシアルキレン(炭素数2~8, 重合度=1~5)多価(2~10価)アルコール高級脂肪酸(炭素数8 ~24) エステル [ポリオキシエチレン(重合度=2) ソルビタンラウ 15 リン酸(モノ/ジ)エステル、ポリオキシエチレン(重合度=2)ソル ビタンパルミチン酸(モノ/ジ)エステル、ポリオキシエチレン(重合 / 度=3) ソルビタンステアリン酸(モノ/ジ) エステル、ポリオキシエ チレン(重合度=3)ソルビタンオレイン酸(モノ/ジ)エステル、ポ リオキシエチレン(重合度=2)ラウリン酸(モノ/ジ)エステル、ポ 20 リオキシエチレン(重合度=3)ステアリン酸(モノ/ジ)エステル、 ポリオキシエチレン(重合度=3)オレイン酸(モノノジ)エステル、 ジオレイン酸メチルグルコシド等]、脂肪酸アルカノールアミド[1: 1型ヤシ油脂肪酸ジエタノールアミド、1:1型ラウリン酸ジエタノー ルアミド等]、ポリオキシアルキレン(炭素数2~8、重合度=1~ 25 5) アルキル(炭素数1~22) フェニルエーテル(ポリオキシエチレ

ン(重合度=2) ノニルフェニルエーテル等)、ポリオキシアルキレン (炭素数2~8、重合度=1~5) アルキル(炭素数8~24) アミノ エーテル、アルキル(炭素数8~24) ジアルキル(炭素数1~6) ア ミンオキシド[ラウリルジメチルアミンオキシド等] 等が挙げられる。

5 なお、上記において、 (モノ/ジ) エステルとは、モノエステル又は ジエステルを意味する。以下も同様である。

また、カチオン性界面活性剤としては、第4級アンモニウム塩 [塩化ステアリルトリメチルアンモニウム、塩化ベヘニルトリメチルアンモニウム、塩化ジステアリルジメチルアンモニウム及びエチル硫酸ラノリン10 脂肪酸アミノプロピルエチルジメチルアンモニウム等]及びアミン塩[ステアリン酸ジエチルアミノエチルアミド乳酸塩、ジラウリルアミン塩酸塩及びオレイルアミン乳酸塩等]等が挙げられる。

これらの拡散浸透剤(E)のうち、吸収性物品の耐モレ性等の観点から、アニオン性界面活性剤及びノニオン性界面活性剤が好ましく、さらに好ましくはアルキル(エーテル)硫酸エステル塩、アルキル(又はアルキルフェニル)スルホン酸塩、アルキル(エーテル)リン酸エステル塩、脂肪酸塩及び多価アルコール脂肪酸エステル、特に好ましくはラウリル硫酸ナトリウム、ラウリルリン酸ナトリウム、ドデシルベンゼンス

25

ルホン酸ナトリウム、ジエチルへキシルスルホコハク酸ナトリウム、ラウリルリン酸ナトリウム、ラウリン酸ナトリウム、ソルビタンラウリン酸 (モノ/ジ) エステル、ソルビタンパルミチン酸 (モノ/ジ) エステル、ソルビタンステアリン酸 (モノ/ジ) エステル、ソルビタンオレイン酸 (モノ/ジ) エステル及びソルピタンヤシ油 (モノ/ジ) エステル、ソルピタンラウリン酸 (モノ/ジ) エステル、最も好ましくはドデシルペンゼンスルホン酸ナトリウム、ジエチルへキシルスルホコハク酸ナトリウムである。

5

20

25

なお、架橋重合体(A)が、乳化重合又は逆相懸濁重合で得られる場合、拡散浸透剤(E)としては、乳化重合又は逆相懸濁重合の際に使用する界面活性剤(乳化・分散剤)と同じ界面活性剤は好ましくない。このような同じ界面活性剤を拡散浸透剤(E)として使用しても、吸収性樹脂粒子内部において液体の拡散性及び浸透性が向上されしにくいと考えられるからである。この場合、乳化重合又は逆相懸濁重合の際に使用する界面活性剤と異なるアニオン系界面活性剤及びカチオン系界面活性剤が好ましく、さらに好ましくは異なるアニオン系界面活性剤である。異なるアニオン系界面活性剤としては、水溶液重合で例示したものと同様のものが好ましい。

拡散浸透剤(E)としては、疎水性物質(C)とのHLB値の差がより高いものが好ましい。(C)と(E)のHLBの差は、1~10であることが好ましく、さらに好ましくは2~8、特に好ましくは3~7である。この範囲であると、吸収性物品の耐モレ性がさらに良好となる。

拡散浸透剤(E)のHLB値としては、 $5\sim12$ が好ましく、さらに好ましくは $6\sim11$ 、特に好ましくは $7\sim10$ 、最も好ましくは $8\sim9$ である。この範囲であると、吸収性物品の耐モレ性がさらに良好となる。拡散浸透剤(E)を含有する場合、(E)の含有量(重量%)は、架

橋重合体 (A) の重量に基づいて、 $0..001\sim3$ が好ましく、さらに好ましくは $0..005\sim1$ 、特に好ましくは $0..07\sim0..5$ 、最も好ましくは $0..1\sim0..3$ である。この範囲であると、吸収性物品の耐モレ性がさらに良好となる。

5 拡散浸透剤(E)を含有させる場合、架橋重合体(A)の内部に存在することが好ましく、さらに好ましくは連結部(RC)又は材料(D)の表面に存在することである。

水溶液重合法の場合、拡散浸透剤(E)を含有させるタイミングとしては特に制限はないが、重合工程中、重合工程直後、含水ゲルの破砕(ミンチ)中及び含水ゲルの乾燥中等が挙げられる。これらのうち、吸収性物品の耐モレ性等の観点から、重合工程直後及び含水ゲルの破砕(ミンチ)工程中が好ましく、さらに好ましくは重合工程直後である。

10

15

25

逆相懸濁重合法又は乳化重合の場合、拡散浸透剤(E)を含有させる タイミングとしては、重合工程直後、脱水工程中(水分10重量%前後 まで脱水する工程中)、脱水工程直後、重合に用いた有機溶媒を分離留 去する工程中及び含水ゲルの乾燥中等が挙げられる。これらのうち、吸 収性物品の耐モレ性及び重合時の安定性等の観点から、重合工程直後、 脱水工程中、脱水工程直後及び重合に用いた有機溶媒を分離留去する工程中が好ましく、さらに好ましくは重合工程直後、脱水工程中である。

20 拡散浸透剤(E)を含有させる方法及びこれに用いられる装置としては、連結部(RC)又は材料(D)と架橋重合体(A)とを混合する方法及びこれに用いられる装置等が使用できる。

拡散浸透剤(E)を連結部(RC)又は材料(D)の表面に存在させるためには、(E)を含有させた後、連結部(RC){または疎水性物質(C)}又は材料(D)を混合する方法等が適用できる。

拡散浸透剤(E)は、水及び/又は揮発性溶媒に、溶解及び/又は乳

化した形態でも使用できる。揮発性溶媒としては、疎水性物質(C)の場合と同様であり、好ましい範囲や使用量も同じである。

本発明の吸収性樹脂粒子の拡散下吸収量 (m1) は、 $40\sim70$  が好ましく、さらに好ましくは $45\sim65$ ,特に好ましくは $50\sim60$  である。この範囲であると、本発明の吸収性樹脂粒子を吸収性物品に適用したときさらに優れた耐モレ性を発揮する。

5

吸収性樹脂粒子の拡散下吸収量(m1)は、下記測定法で求められた 値である。

測定法:垂直に立てた円筒(内径60mm、長さ50mm)の底部に 金網(1)(目開き150μm)を有する濾過円筒容器(2)内に、測 10 定試料(3)1.25gを金網(1)上に均一な厚みになるように投入 し、投入管(4)(内径4mm、長さ50mm)を円盤上面に対して垂 直に配し内孔が円盤底面へ貫通してなる投入管付円盤(5)(直径59 mm、厚み4mm、重量29g)を測定試料(3)の上に円盤(5)の 底面と測定試料(3)とが接するようにしてのせ、さらに円盤(5)の 15 円盤上面にリング状重り(6)(外径50mm、内孔径16mm、重量 150g) をのせた後、10m1/分の速度で生理食塩水 (25℃) を 投入管(4)から連続的に注いで注ぎ始めてから金網(1)から生理食 塩水が漏出し始めるまでに要した時間 (T) を測定し、式 (1) から拡 20 散下吸収量を算出する。ただし、注いだ生理食塩水が金網(1)から漏 出する前に投入管(4)の上端から5mm下のラインに達した場合この 達した時点で測定を中止し測定不能である旨を記録する。

拡散下吸収量 $(m1) = 10 (m1/分) \times T(分)$  (1)

25 前記拡散下吸収量の測定について詳細に説明すると次の通りである。 図1及び図2は、それぞれ拡散下吸収量の測定に用いる装置を説明する

ために模式的に示した当該装置の正面断面図並びに斜視透過図である。

拡散下吸収量の測定に用いる装置は、濾過円筒容器(2)、投入管付円盤(5)及びリング状重り(6)からなる(図1及び2参照)。さらに、生理食塩水を一定速度で注ぐための注射器、ピーカー又は定量ポンプ等が必要であり、精度の観点から定量ポンプが好ましい。

5

15

20

濾過円筒容器(2)を構成する円筒は、内径60mm、長さ50mmであれば材質等に制限はないけれど、内部の観察の観点から透明な材質(ポリ塩化ビニル、ポリカーボネート、ポリプロピレン及びポリエチレン等)が好ましい。この円筒の底部は目開き150μmの金網(1)で2000年がれており、生理食塩水は通過できるが測定試料(3)は通過できない構造となっている。なお、金網はJIS Z8801-1:2000に準拠したものである。

投入管(4)付円盤(5)を構成する円盤は、直径59mm、厚み4mm、重量29g(投入管(4)の重量を含む)の大きさであり、内部の観察の観点から透明な材質が好ましい。この円盤の中心部には、内径4mm、長さ50mmの投入管(4)が円盤上面に対して垂直に配されており、また、投入管(4)の内孔が円盤底面へ貫通していて、投入管(4)に注いだ生理食塩水が円盤(5)の下の測定試料に注ぎ込まれるようになっている。投入管付円盤(5)は、濾過円筒容器(2)内に挿入することにより、円盤底面と金網(1)の上面との間に測定試料(3)を保持することができる。

リング状重り(6)は、外径50mm、内孔径16mm、重量150 gの大きさであり、リング状(ドーナツ状)の内孔に投入管付円盤 (5)の投入管(4)が貫通し円盤上面に荷重がかかるようになってい 25 る。リング状重り(6)の材質は、スペースの観点から、金属製(鉄鋼、 銅、ステンレス及び鉛等)が好ましい。

注射器及びピーカーは、化学実験に使用される通常の器具等が使用でき、定量ポンプは、ギャーポンプ、チューブポンプ及び注射器ポンプ等が使用できる。

測定は、まず濾過円筒容器(2)を管軸方向が垂直(重力方向)になるように固定した後、金網(1)上に、測定試料(3)1.25gを均一な厚み(分布)になるように投入し、測定試料(3)のうえに、投入管付円盤(5)を、円盤底面が測定試料(3)に接するようにしてのせる。さらに、円盤(5)の円盤上面にリング状重り(6)をのせる。

5

25

次いで、投入管(4)へ生理食塩水を10m1/分の速度で連続的に 10 注ぐ。この時、投入管(4)内に注がれた生理食塩水には大気圧及び生 理食塩水の水柱圧以外の圧力は掛からないようにする。定量ポンプや注 射器を使用する場合、投入管(4)への注入ノズルの外径は、定量ポン プの吐出圧力等が掛からないようにするため約3mm以下が好ましい。

そして、生理食塩水を注ぎ始めてから金網(1)から漏出し始めるまでの時間(T)を測定し、式(1)から拡散下吸収量を算出する。なお、生理食塩水が投入管(4)に滞留して金網(1)から漏出する前に、投入管(4)の上端から5mmのラインに達した場合、この達した時点で測定を中止し、拡散下吸収量が測定不能である旨を記録する。

また、使用する生理食塩水及び測定雰囲気の温度は25±2℃で行う。 20 拡散下吸収量(m1)=10(m1/分)×T(分) (1)

本発明の吸収性樹脂粒子は、 $0.5 \sim 3.5$ の吸収時間(Z) (単位:分)を持つことが好ましく、更に好ましくは $0.6 \sim 3$ 、次に好ましくは $0.7 \sim 2.5$ 、特に好ましくは $0.8 \sim 2$ 、最も好ましくは $0.9 \sim 1.8$ である。

本発明の吸収性樹脂粒子は、式(2)及び(3)を満たしてなることが 好ましい。

$$3.0 \le (X) \le 7.0$$
 (2)

$$(Z) \leq -0.0071 (Y) + 2.7 (3)$$

5

保水量(X)は、生理食塩水に1時間浸漬後の吸収性樹脂粒子の保水量(g/g)であり、下記方法にて測定される。

<保水量(X)の測定法>

250メッシュのナイロン網で作成したティーバッグ (縦20cm、

- 10 横10cm)に測定試料1.00gを入れ、生理食塩水(食塩濃度0.9重量%)1,000cc中に無撹拌下、1時間浸漬した後、15分間吊るして水切りする。その後、ティーバッグごと、遠心分離器にいれ、150Gで90秒間遠心脱水して余剰の生理食塩水を取り除き、ティーバックを含めた重量(h1)を測定し次式から保水量(X)を求める。
- 15 なお、使用する生理食塩水及び測定雰囲気の温度は25  $\mathbb{C}$   $\pm 2$   $\mathbb{C}$  である。 (X) = { (h1) (h2) 1.00} / 1.00
  - (h2)は、測定試料の無い場合について上記と同様の操作により計測したティーバックの重量である。
- 20 保水量(X)は、式(2)に代えて式(8)を満たすことが好ましく、 さらに好ましくは式(9)を満たすこと、特に好ましくは式(10)を 満たすこと、最も好ましくは式(11)を満たすことである。これらの 式を満たすと、どのような状態においてもさらに高い吸収性能を発揮し、 モレが生じにくい吸収性物品を製造しやすくなる。
- $25 \quad 10 \le (X) \le 65$  (8)
  - $22 \le (X) \le 60$  (9)

 $2.5 \le (X) \le 5.5$  (1.0)

 $3.0 \le (X) \le 5.0$  (1.1)

通液速度(Y)は、吸収性樹脂粒子を生理食塩水に浸漬1時間後の2 5 1.4 P a の荷重下における生理食塩水の通液速度(m 1/分)であり、 下記方法にて測定される。

<通液速度(Y)の測定法>

測定試料 0.32gを50m1生理食塩水に1時間浸漬して含水ゲル粒子を調整する。

- 一方、コック及び容量目盛が付いたフィルター(目開き: $10\sim15$   $\mu$ m)閉じ込み型クロマトグラフ管(直径(内径):25.4mm、長さ:35cm)のコック(内径:5mm 、長さ:10cm)を閉じて、このコックを下側にしてクロマトグラフ管を垂直(重力方向)に固定しておく。
- 次に、上記の含水ゲル粒子を生理食塩水と共にクロマトグラフ管に移し、片端に目開き150μm(JIS Z8801-1:2000)の円形金網(直径25mm)が垂直についた加圧軸(重量:15.5g、長さ:31.5cm)を金網が含水ゲル粒子側になるように入れ、さらにおもり(91.5g)を乗せ1分間静置する。
- 20 クロマトグラフ管下部のコックを開き、管内の液面が60mlから40mlになるのに要する時間(T1;秒)を計測し、次式より通液速度(Y、ml/分)を求める。なお、使用する生理食塩水及び測定雰囲気の温度は25℃±2℃で行う。

$$(Y) = 20 (m1) \times 60 / (T1-T2)$$

25

(T2)は、測定試料の無い場合について上記と同様の操作により計

測した時間である。すなわち、コック及び容量目盛が付いたフィルター 閉じ込み型クロマトグラフ管に生理食塩水50mlを入れ、管内の液量 が60mlから40mlになるのに要する時間(T2;秒)である。

吸収時間(Z)は、生理食塩水での飽和膨潤度の70体積%に到達するまでの吸収時間(分)であり、下記方法にて測定される。

<吸収時間(Z)の測定法>

5

測定試料1.0gを100m1メスシリンダーに投入した後、生理食塩水100m1を一気に投入すると共に、膨潤する測定試料の占める体積を1分毎に読みとり(膨潤する測定試料の最上端に対応するメスシリンダーの目盛りをその体積とする。)、5分間の測定値の変化が、±0になるになるまで行う(測定試料は生理食塩水を吸収して徐々に膨潤してその占める体積が増大し、一定時間後飽和膨潤状態に達する。)。そして、横軸に時間、縦軸に膨潤する測定試料の体積とした体積一時間グラフを作成し、5分間の測定値の変化が±0となったときの体積(飽和15 膨潤度)を100体積%として、この飽和膨潤度に対して70体積%に対応する時間を吸収時間(Z)とする。

尚、使用する生理食塩水及び測定雰囲気の温度は25℃±2℃で行う。. 式(3)に代えて式(12)を満たすことが好ましく、さらに好まし くは式(13)を満たすこと、特に好ましくは式(14)を満たすこと 20 こと、最も好ましくは式(15)を満たすことである。これらの式を満 たすと、どのような状態においてもさらに高い吸収性能を発揮し、モレ の生じにくい吸収性物品を製造しやすくなる。

$$(Z) \le -0.0071 (Y) + 2.8$$
 (12)

$$(Z) \leq -0.0071 (Y) + 2.5$$
 (13)

25 
$$(Z) \leq -0.0071(Y) + 2.3$$
 (14)

$$(Z) \leq -0.0071 (Y) + 2.0$$
 (15)

さらに、式(3)において、式(16)を満たすことが好ましく、さらに好ましくは式(17)を満たすこと、特に好ましくは式(18)を満たすこと、最も好ましくは式(19)を満たすことである。これらの式を満たすと、どのような状態においてもさらに高い吸収性能を発揮し、モレの生じにくい吸収性物品を製造しやすくなる。

	$1 \le (Y) \le 80$	(16)
	$5 \le (Y) \le 60$	(17)
	$1 \ 0 \le (Y) \le 5 \ 0$	(18)
10	$1.5 \leq (Y) \leq 4.0$	(19)

5

20

本発明の吸収性樹脂粒子の含水率(重量%)は、吸収性物品に適用する場合、作業性・風合い・耐湿性等の観点から、1~12が好ましく、さらに好ましくは2~10、特に好ましくは4~8である。この範囲であると、吸収性樹脂粒子が衝撃により破壊されするのを防ぎ、作業性等がさらに良好となる。

なお、含水率は、乾燥工程のみで決まるのではなく、表面架橋工程及 び加水工程等で調整される。また、含水率は、前記の水分の測定法と同 様にして(120±5℃、30分等)乾燥処理した後の重量減少率で測 定できる。

本発明の吸収性樹脂粒子には、必要により任意の段階 {架橋重合体 (A) の重合工程、破砕工程、乾燥工程、粉砕工程、表面架橋工程及び /又はこれらの工程の前後等} において、添加物を添加することができる。

25 添加物としては、防腐剤、防かび剤、抗菌剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、着色剤、芳香剤、消臭剤及び有機質繊維状物等が使用でき、これ

らの1種又は2種以上を併用してもよい。

のアミン系酸化防止剤等が挙げられる。

防腐剤としては、サリチル酸、ソルビン酸、デヒドロ酢酸及びメチルナフトキノン等の保存料、並びにクロラミンB及びニトロフラゾン等の殺菌料等が挙げられる。

5 防かび剤としては、p-オキシ安息香酸ブチル等が挙げられる。

抗菌剤としては、塩化ベンザルコニウム塩及びグルコン酸クロルヘキシジン等が挙げられる。

酸化防止剤としては、トリエチレングリコールービスー[3-(3-t-ブチル-5-メチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート]、

10 1,6-ヘキサンジオールービス[3-(3,5-ジーtーブチルー4ーヒドロキシフェニル)プロピオネート]、オクタデシルー3-(3,5-ジーtーブチルー4ーヒドロキシフェニルプロピオネート及び3,5-ジーtーブチルー4ーヒドロキシベンジルフォスフォネートージエチルエステル等のヒンダードフェノール系酸化防止剤並びにnーブチルアミン、トリエチルアミン及びジエチルアミノメチルメタクリレート等

紫外線吸収剤としては、2-(5-メチル-2-ヒドロキシフェニ ル)ベンゾトリアゾール、2-(3,5-ジーtーブチル-2-ヒドロキシフェニル)ベンゾトリアゾール、2-(3,5-ジーtーブチルー20 2-ヒドロキシフェニル)-5-クロロベンゾトリアゾール及び2-(3,5-ジーtーアミル-2-ヒドロキシフェニル)ベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤;2-(4,6-ジフェニル・1,3,5-トリアジン-2-イル)-5-[(ヘキシル)オキシ]ーフェノール等のトリアジン系紫外線吸収剤;2-ヒドロキシー4-n-オクチルオキシベンゾフェノン等のベンゾフェノン系紫外線吸収剤;並びに2-エトキシー2'-エチルオキサリック酸ビスアニリド等の蓚

酸アニリド系紫外線吸収剤等が挙げられる。

着色剤としては、酸化チタン及びフェライト等の無機顔料、アゾレーキ系、ペンジイミダゾロン系及びフタロシアニン系等の有機顔料、並びにニグロシン系及びアニリン系等の染料等が挙げられる。

5 芳香剤としては、じゃ香、アピエス油及びテレピン油等の天然香料、 並びにメントール、シトラール、pーメチルアセトフェノン及びフロー ラル等の合成香料等が挙げられる。

消臭剤としては、ゼオライト、シリカ、フラボノイド及びシクロデキストリン等が挙げられる。

- 10 これらの添加物を添加する場合、その添加量(重量%)は用途によって異なるが、吸収性樹脂粒子の重量に基づいて、 $10^{-6} \sim 20$  が好ましく、さらに好ましくは $10^{-5} \sim 10$ 、特に好ましくは $10^{-4} \sim 5$  である。この範囲であると、吸収性樹脂粒子の吸収性能を低下させることなく、抗菌作用等を付与することができる。
- 15 本発明の吸収性樹脂粒子は、各種の吸収体に適用することにより、吸収性能に優れた吸収性物品を製造し得る。

吸収体に吸収性樹脂粒子を適用する方法としては、(1)層状に配置されたパルプ等からなる繊維状物の層の間に吸収性樹脂粒子を散粒する方法;(2)パルプ、熱融着性繊維等からなる繊維状物と吸収性樹脂粒子とを混合する方法;(3)二枚以上の吸水紙や不織布で、必要により繊維状物と共に吸収性樹脂粒子をサンドイッチする等の方法等が挙げられる。

20

繊維状物としては、各種フラッフパルプや綿状パルプ等、従来から吸収性物品に使用されている繊維状物を用いることができる。その原料 (針葉樹及び広葉樹等)、製造方法 [クラフトパルプ、ケミカルパルプ、セミケミカルパルプ及びケミサーモメカニカルパルプ(CTMP)等]、

漂白方法等については特に限定されない。また、繊維状物としては前記の有機質繊維状物の他に、必要により水に膨潤しない合成繊維も単独あるいは上記のフラッフパルプや綿状パルプ等と併用して使用できる。合成繊維としては、ポリオレフィン系繊維(ポリエチレン系繊維及びポリプロピレン系繊維等)、ポリエステル系繊維(ポリエチレンテレフタレート繊維等)、ポリオレフィン・ポリエステル複合繊維、ポリアミド系繊維及びポリアクリロニトリル系繊維等が挙げられる。

繊維状物の長さ、太さについては特に限定されず通常、長さは $1\sim2$ 00mm、太さは $0.1\sim100$ デニール( $0.11\sim110$ d tex)の範囲が好適である。

10

形状についても繊維状であれば特に限定されず、ウェブ状、細い円筒 状、裁断されたスプリットヤーン状、ステープル状及びフィラメント状 等が例示される。

吸収体に対する本発明の吸収性樹脂粒子の添加量(重量%)は、吸収 体の種類やサイズ、目標とする吸収性能に応じて種々変化させることが できるが、吸収性樹脂粒子と繊維状物の合計重量に基づいて、30~9 が好ましく、さらに好ましくは40~94、特に好ましくは50~9 である。この範囲であると、得られる吸収体の吸収能がさらに良好と なる。

20 本発明の吸収性樹脂粒子を用いた吸収体は、被吸収液(汗、尿及び血液等の体液並びに海水、地下水及び泥水等の水等)を吸収した場合であってもさらっとした感触を示すため、紙おむつ及び生理用ナプキン等の衛生用品に適用した場合、優れた吸収性能のみならず、被吸収液が圧力下でも逆戻りしにくい優れた特徴を発揮する。

25 従って、本発明の吸収性樹脂粒子を用いることにより、どのような状態においても高い吸収性能を発揮する吸収性物品を容易に製造すること

ができる。

すなわち、使用者が装着した状態で座ったり横になったような荷重のかかった状態であっても吸収量及び吸収速度が低下せず、その結果モレ等の問題が極めて発生しにくい。

5 吸収性物品としては、吸収体、液体透過性シート、通気性バックシートを備える吸収性物品が好ましく、さらに好ましくは衛生用品としての 吸収性物品である。

衛生用品としては、紙おむつ(子供用紙おむつ及び大人用紙おむつ等)、ナプキン(生理用ナプキン等)、紙タオル、パッド(失禁者用パ10 ッド及び手術用アンダーパッド等)及びペットシート(ペット尿吸収シート)等が挙げられる。これらの衛生物品のうち、紙おむつにより適している。さらに、紙おむつのうちでも、SDME法で測定した表面ドライネス値が50%以上、さらに好ましくは55%以上の値が要求される紙おむつに最適である。

15 〈SDME法による表面ドライネス値〉

SDME法による表面ドライネス値は、SDME (Surface Dryness Measurement Equipment) 試験器 (WK system 社製) を用いて次の手順 で測定される。

SDME試験器の検出器を十分に湿らした紙おむつ(紙おむつを覆う 20 程度の人工尿(塩化カルシウム 0.03重量%、硫酸マグネシウム 0. 08重量%、塩化ナトリウム 0.8重量%及びイオン交換水 99.09 重量%)中に浸し、60分放置した)の上に置き、0%ドライネス値を 設定し、次に、SDME試験器の検出器を乾いた紙おむつ(紙おむつを 80℃、2時間加熱乾燥した)の上に置き100%ドライネスを設定し、 25 SDME試験器の校正を行う。

次に、測定する紙おむつの中央に金属リング(内径70mm、外径8

0mm長さ50mm、重量300g)をセットし、人工尿80m1を注入する。注入後直ちに金属リングを取り去り、紙おむつの中央にSDM E検出器を紙おむつに接触してセットし測定を開始する。測定開始後、 5分後の値をSDMEによる表面ドライネス値とする。

5 なお、本発明の吸収性樹脂粒子は前記載の衛生用品用途のみならず、ペット尿吸収剤、携帯トイレの尿ゲル化剤、青果物等の鮮度保持剤、肉類及び魚介類のドリップ吸収剤、保冷剤、使い捨てカイロ、電池用ゲル化剤、植物や土壌等の保水剤、結露防止剤、止水材やパッキング材並びに人工雪等、種々の用途にも有用である。

10

#### 実施例

以下、実施例及び比較例により本発明をさらに説明するが、本発明は これらに限定されるものではない。以下、特に定めない限り、部は重量 部を示し、%は重量%を示す。

15

20

25

## <含水ゲル状重合体(AA-1)の合成>

ガラス製反応容器に、アクリル酸ナトリウム 7 7部、アクリル酸 2 2 . . 8 5部、N, N'ーメチレンピスアクリルアミド 0 . 1 5部及び脱イオン水 2 9 3部、ジクロロトリス (トリフェニルホスフィン) ルテニウム 0 . 0 0 1部を仕込み、攪拌、混合しながら内容物の温度を 3 ℃に保った。

内容物に窒素を流入して溶存酸素量を1ppm以下とした後、過酸化水素の1%水溶液 0.3部、アスコルピン酸の0.2%水溶液 0.8部及び2,2'-アゾピスアミジノプロパンジハイドロクロライドの2%水溶液 0.8部を添加・混合して重合を開始させ、反応液が80 ℃に達した後、重合温度  $80\pm2$  ℃で約 5 時間重合することにより、架橋重合

体(A1)からなる含水ゲル状重合体(AA-1)を得た。含水率(1 $20\pm5$  $\mathbb{C}\times30$ 分)は74.6%であった。

## <材料(DD11)の調製>

- クレー(ROCKWOOD ADDIIVES LIMITTED社製: "LAPONIPE XLG") 5部に、アミノ変性シリコーン (信越化学社製品: "KF354") 0.0005部をメタノール10 部に溶解させた液を添加し、25℃でバイオミキサー(日本精機社製 "ABM-2型")にて2分間撹拌した後、60℃×1時間乾燥させ、
- 10 疎水処理材料 (DD11) を得た。

## <材料(DD12)の調製>

パルプ5部(日本製紙ケミカル社製品: "KCフロックW-400 G")にジメチルシリコーン(東レ・ダウコーニング・シリコーン社製、 15 商品名: "SH200") 0.0005部をメタノール10部に溶解させた液を添加し、25℃でバイオミキサー(日本精機社製"ABM-2型")にて2分間撹拌した後、60℃×1時間乾燥させ、疎水処理材料 (DD12)を得た。

## 20 <材料(DD13)の調製>

25

シリカ5部(日本エアロジェル社製品: "アエロジェル200PE")にジメチルシリコーン(東レダウコーニングシリコーン社製、商品名: "SH200") 0.0005部をメタノール10部に溶解させた液を添加し、25℃でパイオミキサー(日本精機社製 "ABM-2型")にて2分間撹拌した後、60℃×1時間乾燥させ、疎水処理材料(DD13)を得た。

## <材料(DD14)の調製>

クレー (ROCKWOOD ADDIIVES LIMITTED社製: "LAPONIPE XLG") 5部に、流動パラフィン(粘度: 50mPa・s) 0.0005部をシクロヘキサン10部に溶解させた液を添加し、25℃でバイオミキサー(日本精機社製 "ABM-2型")にて2分間撹拌した後、60℃×1時間乾燥させ、疎水処理材料(DD14)を得た。

### 10 <材料(DD15)の調製>

5

パルプ5部(日本製紙ケミカル社製品: "KCフロックW-400G")にカルボキル変性ワックス(三洋化成工業社製、商品名: "サンワックス165-P") 0.0005部をシクロヘキサン10部に溶解させた液を添加し、25℃でパイオミキサー(日本精機社製 "ABM-2型")にて2分間撹拌した後、60℃×1時間乾燥させ、疎水処理材料(DD15)を得た。

#### <材料(DD16)の調製>

シリカ5部(日本エアロジェル社製品: "アエロジェル200P 20 E")にカルボキル変性ワックス(三洋化成工業社製、商品名: "サンワックス165-P") 0.0005部をシクロヘキサン10部に溶解させた液を添加し、25℃でバイオミキサーにて2分間撹拌した後、60℃×1時間乾燥させ、疎水処理材料(DD16)を得た。

#### 25 <実施例1>

含水ゲル状重合体 (AA-1) 400部に材料 (DD11) 40部及

び拡散浸透剤(E1) (三洋化成工業社製: "サンモリンOT70"、アニオン性界面活性剤) 0.4部を加え、ミンチ機(目皿の穴径:6mm、飯塚工業社製 "12VR-400K")にて25℃で5分間混練した後、135℃、風速2.0m/秒の条件の通気型バンド乾燥機で乾燥し、重合体乾燥物を得た。

この重合体乾燥物を市販のジューサーミキサーにて粉砕し、目開き600及び250 $\mu$ mのふるいを用いて250~600 $\mu$ mの粒度に調整した後、この100部を高速攪拌(細川ミクロン製高速攪拌タービュライザー:回転数2000rpm)しながらエチレングリコールジグリシジルエーテルの10%水/メタノール混合溶液(水/メタノールの重量比=70/30)の2部をスプレー噴霧しながら加えて混合し、140℃で30分間静置して加熱架橋することにより吸収性樹脂粒子(1)を得た。

## 15 〈実施例 2 〉

5

材料(DD11)に代えて、材料(DD12)を用いた以外実施例1 と同様にして、吸収性樹脂粒子(2)を得た。

#### 〈実施例3〉

20 材料(DD11)に代えて、材料(DD13)を用いた以外実施例1 と同様にして、吸収性樹脂粒子(3)を得た。

#### 〈実施例4〉

材料 (DD11) に代えて、材料 (DD14) を用いた以外実施例1 25 と同様にして、吸収性樹脂粒子 (4) を得た。

### <実施例5>

材料(DD11)に代えて、材料(DD15)を用いた以外実施例1 と同様にして、吸収性樹脂粒子(5)を得た。

### 5 〈実施例6〉

材料(DD11)に代えて、材料(DD16)を用いた以外実施例1 と同様にして、吸収性樹脂粒子(6)を得た。

### <実施例7>

10 拡散浸透剤(E1)(三洋化成工業社製: "サンモリンOT70") に代えて、拡散浸透剤(E2)(三洋化成工業社製: "ナロアクティー ID50"、非イオン性界面活性剤)を用いた以外実施例1と同様にして、吸収性樹脂粒子(7)を得た。

#### 15 〈実施例8〉

材料(DD11)に代えて材料(DD12)を、また拡散浸透剤(E1)(三洋化成工業社製: "サンモリンOT70")に代えて拡散浸透剤(E2)(三洋化成工業社製:ナロアクティーID50)を用いた以外実施例1と同様にして、吸収性樹脂粒子(8)を得た。

20

#### <実施例9>

材料 (DD11) の重量を5.4部に代えた以外実施例1と同様にして、吸収性樹脂粒子(9)を得た。

#### 25 〈実施例10〉

材料(DD11)の使用量40部を2.7部に代え、また拡散浸透剤

(E1) (三洋化成工業社製: "サンモリン〇T70")の使用量0. 4部を0.14部に代えたこと以外、実施例1と同様にして、吸収性樹脂粒子(10)を得た。

### 5 〈実施例11〉

含水ゲル状重合体(AA-1)400部にシリコーンビーズ(東芝シ リコーン社製: "トスパール"平均粒径2μm) 40部及び拡散浸透剤 (E2) (三洋化成工業社製: "ナロアクティーID50") 0. 4部 を加え、ミンチ機(目皿の穴径:6mm、飯塚工業社製"12VR-4 10 00K")にて25℃で5分間混合・混練した後、135℃、風速2. 0 m/秒の条件の通気型バンド乾燥機で乾燥し、重合体乾燥物を得た。 この重合体乾燥物を市販のジューサーミキサーにて粉砕し、目開き6 0 0 及び 2 5 0 μ m のふるいを用いて 2 5 0 ~ 6 0 0 μ m の 粒度に調整 した後、このの100部を高速攪拌(細川ミクロン製高速攪拌タービュ ライザー:回転数2000rpm)しながらエチレングリコールジグリ 15 シジルエーテルの10%水/メタノール混合溶液(水/メタノールの重 量比=70/30)を2部をスプレー噴霧しながら加えて混合し、14 0℃で30分間静置して加熱架橋することで吸収性樹脂粒子(11)を 得た。

20

25

#### <実施例12>

シリコーンピーズに代えてポリエチレンフィルムの粉砕物(タマポリ 社製品ポリエチレンフィルム、厚み: $30\mu$ m、目開き $250\mu$ mの通 過品)を用いた以外実施例 11 と同様にして、吸収性樹脂粒子(12) を得た。

## <実施例13>

含水ゲル状重合体 (AA-1) 400部にワックスエマルション (三 井化学株式会社製、商品名"ケミパールS650") 40部及び拡散浸 透剤(E2) (三洋化成工業社製:ナロアクティーID50) 0. 4部 を加え、ミンチ機に(目皿の穴径:6mm、飯塚工業社製"12VR-400K")にて25℃で5分間混練した後、135℃、風速2.0m /秒の条件の通気型パンド乾燥機で乾燥し、重合体乾燥物を得た。

この重合体乾燥物を市販のジューサーミキサーにて粉砕し、目開き 5 9 0 及び 2 5 0  $\mu$  mのふるいを用いて 3 0  $\sim$  6 0 メッシュの粒度に調整 10 した後、このものの 1 0 0 部を高速攪拌 (細川ミクロン製高速攪拌ターピュライザー:回転数 2 0 0 0 r pm) しながらエチレングリコールジグリシジルエーテルの 1 0 % 水/メタノール混合溶液 (水/メタノールの重量比= 7 0 / 3 0)を 2 部をスプレー噴霧しながら加えて混合し、1 4 0  $\sim$  で 3 0 分間静置して加熱架橋することで吸収性樹脂粒子 (1 3)を得た。

#### <実施例14>

ワックスエマルションの使用量40部を1.7部に代えたこと以外、 実施例13と同様にして、吸収性樹脂粒子(14)を得た。

20

25

5

#### <実施例15>

ワックスエマルションの使用量40部を0.14部に代え、また拡散 浸透剤(E1)(三洋化成工業社製: "サンモリンOT70")の使用 量0.4部を0.14部に代えたこと以外、実施例13と同様にして、 吸収性樹脂粒子(15)を得た。

## <実施例16>

5

ガラス製反応容器に、アクリル酸ナトリウム77部、アクリル酸22.85部、N,N'ーメチレンピスアクリルアミド0.15部及び脱イオン水293部、ジクロロトリス(トリフェニルホスフィン)ルテニウム0.001部、疎水性物質(C11)(三洋化成工業社製:"ナロアクティーID20"、非イオン性界面活性剤)0.2部を仕込み、攪拌、混合しながら内容物の温度を3℃に保った。

内容物に窒素を流入して溶存酸素量を1ppm以下とした後、過酸化水素の1%水溶液0.3部、アスコルビン酸の0.2%水溶液0.8部 及び2,2'ーアゾビスアミジノプロパンジハイドロクロライドの2%水溶液0.8部を添加・混合して重合を開始させ80℃に達した後、重合温度80±2℃で約5時間重合することにより架橋重合体(A2)からなる含水ゲル状重合体(AA-2)を得た。この含水ゲル状重合体(AA-2)400部に拡散浸透剤(E2)(三洋化成工業社製:"ナロアクティーID50")0.4部を加え、ミンチ機(目皿の穴径:6 mm、飯塚工業社製"12VR-400K")にて25℃で5分間混練した後、135℃、風速2.0m/秒の条件の通気型バンド乾燥機で乾燥し、重合体乾燥物を得た。

この重合体乾燥物を市販のジューサーミキサーにて粉砕し、目開き6 00 及び 250  $\mu$  mのふるいを用いて 250  $\sim$  600  $\mu$  mの粒度に調整した後、この 100 部を高速攪拌(細川ミクロン製高速攪拌タービュライザー:回転数 2000 r pm)しながらエチレングリコールジグリシジルエーテルの 10% 水/メタノール混合溶液(水/メタノールの重量比= 70/30)の 2 部をスプレー噴霧しながら加えて混合し、 140  $\mathbb C$  で 30 分間静置して加熱架橋することにより吸収性樹脂粒子( 160 を得た。

#### <実施例17>

アクリル酸145. 4部を9. 4部の水で希釈し、30~20℃に冷 却しつつ25%の水酸化ナトリウム水溶液242.3部を加えて中和し た。この溶液にエチレングリコールジグリシジルエーテル(ナガセ化成 5 工業社製、"デナコールEX-810")を0.09部、次亜リン酸ソ ーダ1水和物を0.0146部、過硫酸カリウムを0.0727部及び 拡散浸透剤(E1) (三洋化成工業社製: "サンモリンOT70") 0. 57部を添加して溶解させ、材料を(DD15)8.5部添加し、2 5℃でバイオミキサー(日本精機社製"ABM-2型")にて2分間撹 10 拌し分散させ、モノマー水溶液とした。次いで、撹拌機、還流冷却器、 温度計及び窒素ガス導入管を備えた反応容器に、シクロヘキサン624 部を入れ、これにポリオキシエチレンオクチルフェニルエーテルリン酸 エステル(第一工業製薬社、商品名: "プライサーフA210G") 1. 56部を添加して溶解させた後、撹拌しつつ窒素置換した後、70℃ま 15 で昇温した。そして、70℃に保ったまま、調整したモノマー水溶液を 6. 6部/分で6分間滴下して75℃で15分間保持した後、残りのモ ノマー水溶液を6.6部/分で54分間に亘って滴下した。その後、7 5℃で30分熟成した。この後、水をシクロヘキサンとの共沸によって 樹脂の含水率が約20%(赤外水分計("FD-100型"、Kett 20 社製、180℃、20分で測定)となるまで除去した。30℃に冷却し 撹拌を停止すると、樹脂粒子が沈降したので、デカンテーションにより、 樹脂粒子とシクロヘキサンとを分離した。この樹脂粒子80部とシクロ ヘキサン140部とを反応容器に入れ、これにグリセリンポリグリシジ ルエーテル (ナガセ化成工業社、商品名: "デナコールEX-31 25 4") 0.4%を含むシクロヘキサン溶液3.4部を添加した後、6

0℃で加熱して30分間保持した後、さらに加熱してシクロヘキサンの 還流下に30分間保持した。次いで濾過して樹脂粒子を取得し80℃で 減圧乾燥することにより、吸収性樹脂粒子(17)を得た。

### 5 〈実施例18〉

材料 (DD15) に代えて、材料 (DD16) を用いた以外実施例17と同様にして、吸収性樹脂粒子 (18) を得た。

## <実施例19>

10 材料(DD15)に代えて、ワックスエマルション(三井化学株式会 社製、商品名"ケミパールS650")を用いた以外実施例17と同様 にして、吸収性樹脂粒子(19)を得た。

#### <実施例20>

15 材料(DD15)の使用量8.5部を3.5部に代え、また拡散浸透剤(E1)(三洋化成工業社製:"サンモリンOT70")の使用量0.57部を0.17部に代えたこと以外、実施例17と同様にして、吸収 性樹脂粒子(20)を得た。

#### 20 <比較例1>

含水ゲル状重合体 (AA-1) に材料 (D) 及び拡散浸透剤 (E1) を添加しない以外は実施例 1 と同様にして比較吸収性樹脂粒子 (1') を得た。

#### 25 <比較例 2>

含水ゲル状重合体(AA-1)に拡散浸透剤(E1)だけを添加しな

いこと以外、実施例1と同様にして比較吸収性樹脂粒子(2')を得た。

## <比較例3>

材料 (DD12) に代えてパルプ (日本製紙ケミカル社製品: "KC フロックW-400G") を用いた以外は実施例1と同様にして比較吸収性樹脂粒子 (3') を得た。

## <比較例4>

材料 (DD13) に代えてシリカ (日本エアロジェル社製品: "アエ 10 ロジェル200PE") を用いた以外は実施例1と同様にして比較吸収 性樹脂粒子 (4') を得た。

## <比較例5>

材料 (DD15) 及び拡散浸透剤 (E1) ("サンモリンOT7 15 0") を添加しないこと以外は実施例17と同様にして比較吸収性樹脂 粒子 (5') を得た。

#### <比較例6>

材料(DD15)を添加しない以外は実施例17と同様にして比較吸 20 収性樹脂粒子(6')を得た。

#### <比較例7>

材料 (DD15) に代えてパルプ (日本製紙ケミカル社製品: "KCフロックW-400G") を用いたこと以外、実施例17と同様にして25 比較吸収性樹脂粒子 (7') を得た。

## <比較例8>

材料(DD15)に代えてシリカ(日本エアロジェル社製品: "アエロジェル200PE")を用いた以外は実施例17と同様にして比較吸収性樹脂粒子(8')を得た。

5

10

吸収性樹脂粒子(1)~(20)及び比較吸収性樹脂粒子(1')~(8')の拡散下吸収量(Q){定量ポンプとして、轟産業株式会社製滴下ポンプ、商品名CP-21を用いた。}、保水量(X)、荷重下通液速度(Y)、生理食塩水での飽和膨潤度の70体積%に到達するまでの吸収時間(分)(Z)の評価結果を上記方法により評価した結果を表1及び2に示した。

表 1

					実			施			例				
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
吸収性 樹脂粒子	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)	(7)	(8)	(9)	(10)	(11)	(12)	(13)	(14)	(15)
拡散下 吸収量 (ml)	50	52	53	55	52	57	58	52	52	49	54	55	53	52	49
保水量 (X) (g/g)	36	36	35	35	35	35	36	36	35	34	35	35	36	33	36
荷重下 通液速度 (Y) (ml/分)	12	15	15	16	20	24	21	19	19	12	19	20	15	12	12
吸収時間 (Z) (分)	1.8	1.6	1.2	1.1	1.7	1.0	1.1	1.1	1.3	1.0	1.2	0.9	0.9	0.9	1.8
-0.0071 (Y) +2.7	2.4	2.4	2.5	2.5	2.5	2.5	2.4	2.4	2.5	2.4	2.5	2.5	2.4	2.4	2.4

表 2

	実 施 例				比 較 例								
	16	17	18	19	20	1	2	3	4	5	6	7	8
吸収性 樹脂粒子	(16)	(17)	(18)	(19)	(20)	(1')	(2')	(3,)	(4')	(5')	(6')	(7')	(8')
拡散下 吸収量 (ml)	52	52	53	55	50	37	40	23	37	35	39	35	36
保水量 (X) (g/g)	36	35	36	35	36	34	34	34	35	32	32	34	35
荷重下 通液速度 (Y) (ml/分)	15	14	15	20	12	11	12	13	11	8	8	9	9
吸収時間 (Z) (分)	1.2	0.9	0.9	0.9	1.8	5.0	3.7	5.1	5.0	4.8	4.1	4.5	4.5
-0.0071 (Y) +2.7	2.4	2.5	2.4	2.5	2.4	· 2.5	2.5	2.5	2.5	2.6	2.6	2.6	2.6

#### <実施例21>

フラッフパルプ100部と、実施例1で得られた本発明の吸収性樹脂粒子(1)100部とを気流型混合装置で混合した混合物を坪量約400 $g/m^2$ となるように均一に積層し、5 Kg/c  $m^2$  の圧力で30秒間プレスし、実施例13 の吸収体(B1)を得た。得られた吸収体(B1)を14 c  $m \times 36$  c m の長方形に裁断し、各々の上下に吸収体と同じ大きさの吸水紙(坪量15.5 g/ $m^2$ )を配置し、更に市販の紙おむつに使用されているポリエチレンシートを裏面に、ポリエチレン製不織布(坪量20.0 g/ $m^2$ )を表面に配置することにより紙おむつ

## (1) を作成した。

### < 実施例22~40>

同様に、吸収性樹脂粒子(1)に代えて吸収性樹脂粒子(2)~(2 5 0)を用いて、吸収体(B2)~(B20)を調製し、さらに紙おむつ (2)~(20)を作成した。

# <実施例41>

フラッフパルプ50部の層を形成した後、実施例2で得られた吸収性 10 樹脂粒子(2)100部を均一に散布し、更にその上にフラッフパルプ50部の層を積層してサンドイッチ構造とし、5Kg/cm²の圧力で30秒間プレスして、吸収体(B21)を得た。得られた吸収体(B21)を14cm×36cmの長方形に裁断し、各々の上下に吸収体と同じ大きさの吸水紙(坪量15.5g/m²)を配置し、更に市販の紙おむつに使用されているポリエチレンシートを裏面に、ポリエチレン製不織布(坪量20.0g/m²)を表面に配置することにより紙おむつ(21)を作成した。

## <比較例9~16>

- 20 吸収性樹脂粒子(1)に代えて、比較例1~8で得られた比較吸収性 樹脂粒子(1')~(8')を用いて、実施例21と同様にして、比較 吸収体(B1')~(B8')を調製し、紙おむつ(1')~(8') を作成した。
- 25 作成した紙おむつ(1)~(2 1)及び(1')~(8')について、 漏れまでの吸収量、表面ドライ感を以下の方法により、またSDMEに

よる表面ドライネス値を上記方法により測定し、測定結果を表3に示した。

## <漏れまでの吸収量>

アクリル板(140mm×360mm、重量0.5 Kg)上に紙おむつ(140mm×360mm)を乗せた後、紙おむつの短辺(140mm)の一端(上端)をガムテープでアクリル板に固定し(紙おむつとガムテープとの重ねしろ:一端部から1cm幅)、おむつを固定した一端(上端)が上部となるようにアクリル板を45度に傾けた状態で固定する。次いで上端から30mm {他端(下端)から330mm}であって、長辺の両端からそれぞれ70mmの部位に、人工尿(塩化カルシウム0.03重量%、硫酸マグネシウム0.08重量%、塩化ナトリウム0.8 重量%及びイオン交換水99.09重量%)を滴下ポンプ(轟産業株式会社製、商品名"CP-21")で100g/分の速度で投入した。紙

15 工尿の投入量を求め、これを漏れまでの吸収量とした。

#### <表面ドライ感>

漏れまでの吸収量を測定した後の紙おむつを用いて、この紙おむつ表 が 面のドライ感を10人のパネラーで指触判定し、次の4段階で評価した。 10人の平均を求め、表面ドライ感とした。

おむつ下端部より人工尿が漏れ出した時点を終点とし、漏れるまでの人

20 〇:ドライ感良好

△:わずかに湿っぽいが、満足できるレベルのドライ感

×:ドライ感に乏しく、湿っぽい状態、又はドライ感無く、濡れた状態

表 3

[			紙おむつの性能					
		紙おむつ	漏れまでの	表面ドライ感	SDME			
			吸収量(g)		表面ドライネス値(%)			
	2 1	1	400	0	7 7			
	2 2	2	3 7 0	0	6 5			
	2 3	3	3 8 0	0	7 3			
	24	4	400	0	6 7			
	2 5	5	400	0	6 5			
	2 6	6	430	0	7 5			
	2 7	7	4 2 0	0	6 6			
	28	. 8	3 9 0	0	5 7			
実	2 9	9	4 3 0	0	6 0			
	3 0	1 0	3 8 0	0	5 5			
施	3 1	1 1	450	0	6 7			
ا ہے ا	3 2	1 2	430	. 0	6 9			
例	3 3	1 3	440	0	7 4			
	3 4	1 4	450	0	7 2			
	3 5	1 5	380.	0	6 2			
	3 6	1 6	4 3 0	0	6 7			
	3 7	1 7	4 3 0	0	7 0			
	3 8	1 8	4 5 0	0	7 1			
	3 9	1 9	440	0	6 9			
	40	2 0	410	0	6 2			
	4 1	2 1	460	0	8 0			
	9	1 '	3 2 0	· Δ	3 5			
	10	2 '	3 1 0	Δ	2 4			
比較	11	3 '	3 1 0	Δ	2 6			
	1 2	4'	3 1 0	Δ	3 6			
	13	5 '	3 2 0	Δ	3 6			
例	1 4	6 '	3 1 0	Δ	3 2			
	1 5	7 '	3 5 0	Δ	3 8			
L	16	8,	3 1 0	Δ	3 3			

## 産業上の利用可能性

5

本発明の吸収性樹脂粒子は、各種の吸収体に適用することにより、被吸収液体がモレにくい吸収性物品にすることができる。特に、紙おむつ(子供用紙おむつ及び大人用紙おむつ等)、ナプキン(生理用ナプキン等)、紙タオル、パッド(失禁者用パッド及び手術用アンダーパッド等)及びペットシート(ペット尿吸収シート)等の衛生用品に適しており、さらには紙おむつに最適である。

なお、本発明の吸収性樹脂粒子は衛生用品のみならず、ペット尿吸収剤、携帯トイレの尿ゲル化剤、青果物等の鮮度保持剤、肉類及び魚介類 のドリップ吸収剤、保冷剤、使い捨てカイロ、電池用ゲル化剤、植物や土壌等の保水剤、結露防止剤、止水材やパッキング材並びに人工雪等、種々の用途にも有用である。

## 請求の範囲

- 1. 水溶性ピニルモノマー(a1)及び/又は加水分解により(a1)となるピニルモノマー(a2)並びに内部架橋剤(b)を必須構成5単位とする架橋重合体(A)と疎水性物質(C)とを含有してなる吸収性樹脂粒子であって、吸収性樹脂粒子の内部に(C)の一部又は全部を含んでなる構造を有する吸収性樹脂粒子。
- 2. 吸収性樹脂粒子の内部に疎水性物質(C)の一部又は全部を含ん 10 でなる構造が、吸収性樹脂粒子の内部に(C)からなる連結部(RC) を含んでなる構造である請求項1に記載の吸収性樹脂粒子。
- 3. 吸収性樹脂粒子の内部に疎水性物質(C)の一部又は全部を含んでなる構造が、親水性材料(d1)又は疎水性材料(d2)の表面の一部又は全部に疎水性物質(C)をコーティング又は含浸した材料(D)を吸収性樹脂粒子の内部に含んでなる構造である請求項1に記載の吸収性樹脂粒子。
- 4. 疎水性物質 (C)のHLB値が1~10である請求項1に記載の 20 吸収性樹脂粒子。
  - 5. 疎水性物質(C)がシリコーン又は変性シリコーンである請求項1に記載の吸収性樹脂粒子。
- 25 6. 拡散浸透剤(E)を構成成分としてさらに含んでなる請求項1に 記載の吸収性樹脂粒子。

7. 拡散下吸収量が40~70mlである請求項1に記載の吸収性樹脂粒子。

- 5 8. 生理食塩水での飽和膨潤度の70体積%に到達するまでの吸収時間(Z)が0.5~3.5分である請求項1に記載の吸収性樹脂粒子。
  - 9. 式(2)及び(3)を満たしてなる請求項1に記載の吸収性樹脂粒子。
- 10 3  $0 \le (X) \le 7 0$  (2)
  - $(Z) \leq -0.0071 (Y) + 2.7 (3)$

式中、(X)は生理食塩水に1時間浸漬後の吸収性樹脂粒子の保水量(g/g)であり、(Y)は吸収性樹脂粒子を生理食塩水に1時間浸漬 後の21.4 Paの荷重下における生理食塩水の通液速度(m1/分)である。また、(Z)は、生理食塩水での飽和膨潤度の70体積%に到達するまでの吸収時間(分)である。

10. さらに、式(4)を満たしてなる請求項9記載の吸収性樹脂粒20 子。

$$1.0 \le (Y) \le 1.00$$
 (4)

25

- 11. 請求項1に記載の吸収性樹脂粒子と繊維状物とを含有してなる吸収体。
- 12. 請求項11に記載の吸収体を備えてなる吸収性物品。

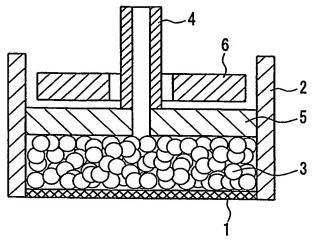


FIG. 1

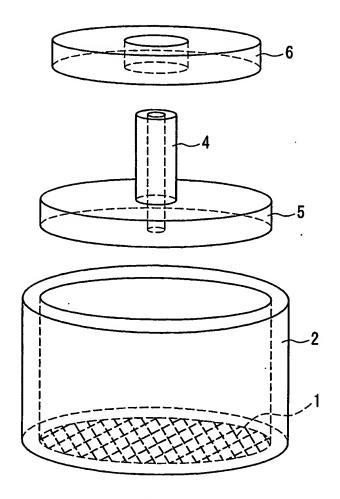


FIG. 2

#### INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (January 2004)

International application No.

PCT/JP2004/012602 CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER Int.Cl7 C08J3/12, C08F2/44 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) Int.Cl<sup>7</sup> C08F2/44, C08J3/12, C08J3/24 Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Jitsuyo Shinan Koho 1926-2004 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2004 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2004 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2004 Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT Category\* Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages Relevant to claim No. JP 9-136966 A (Sanyo Chemical Industries, Α 1-12 Ltd.), 27 May, 1997 (27.05.97), Claims 1, 4, 5 (Family: none) Further documents are listed in the continuation of Box C. See patent family annex. Special categories of cited documents: later document published after the international filing date or priority document defining the general state of the art which is not considered "A" date and not in conflict with the application but cited to understand to be of particular relevance the principle or theory underlying the invention earlier application or patent but published on or after the international document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive filing date document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other step when the document is taken alone document of particular relevance; the claimed invention cannot be special reason (as specified) considered to involve an inventive step when the document is "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed document member of the same patent family Date of the actual completion of the international search Date of mailing of the international search report 15 September, 2004 (15.09.04) 05 October, 2004 (05.10.04) Name and mailing address of the ISA/ Authorized officer Japanese Patent Office Telephone No.

A. 発明の風する分野の分類 (国際特許分類 (IPC)) Int. Cl <sup>7</sup> C08J 3/12、C08F 2/44	Į.	
B. 調査を行った分野		
調査を行った最小限資料(国際特許分類(IPC))		
Int. Cl'C08F 2/44, C08J 3/12	2、C08J 3/24	
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの		
日本国実用新案公報 1926-2004年		
日本国公開実用新案公報 1971-2004年 日本国登録実用新案公報 1994-2004年		·
日本国実用新案登録公報 1996-2004年	•	•
国際調査で使用した電子データベース(データベースの名称、	調査に使用した用語)	
•		
C. 関連すると認められる文献		
引用文献の		関連する
カテゴリー* 引用文献名 及び一部の箇所が関連すると	きは、その関連する箇所の表示	請求の範囲の番号
A JP 9-136966 A (三洋化	比成工業株式会社)	1-12
1997.05.27、【請求項1】	、【請求項4】、【請求項	
5】 (ファミリーなし)		
·		
<u> </u>		
	•	
	·	
		,
C 欄の続きにも文献が列挙されている。	□ パテントファミリーに関する別	1
		一—————————————————————————————————————
* 引用文献のカテゴリー	の日の後に公表された文献	
「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示す もの	「T」国際出願日又は優先日後に公表	
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日	出願と矛盾するものではなく、そ の理解のために引用するもの	形例の原理又は理論
以後に公表されたもの	「X」特に関連のある文献であって、	当該文献のみで発明
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行	の新規性又は進歩性がないと考え	
日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する 文献 (理由を付す)	「Y」特に関連のある文献であって、 上の文献との、当業者にとって	当該文献と他の1以
「O」口頭による開示、使用、展示等に冒及する文献	よって進歩性がないと考えられ	ログにめる組合でに るもの
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願	「&」同一パテントファミリー文献	
国際調査を完了した日	国際調査報告の発送日	
15. 09. 2004	四於朔重報音の発送日	).2004
国際調査機関の名称及びあて先   . 日本国特許庁 (ISA/JP)	特許庁審査官(権限のある職員)	4 J 9 2 6 8
郵便番号100-8915	森川 聡	<u> </u>
東京都千代田区設が関三丁目4番3号	電話番号 03-3581-1101	内線 3456